



Projet ACNA/CFC-UNOPS

**Rapport de mission au Cameroun
du 9 au 14 juin 2003**

**J. Sainte-Beuve
A. Flori
S. Palu**

**Cirad-cp
Programme Hévéa**

SIC_CP 1629-03

SOMMAIRE

CHRONOLOGIE DE LA MISSION	1
PERSONNES RENCONTREES	2
I - OBJECTIFS DE LA MISSION	3
II - COMPTE-RENDU DE REUNIONS	4
II.I - RESUME DES INTERVENTIONS D'OUVERTURE	4
II.I.1. - Discours d'introduction du représentant de l'organisme d'accueil (NRRP/IRAD)	4
II.I.2. - Discours d'introduction de la représentante de l'agence ayant assuré le financement (CFC), Mme Eltha Brown	5
II.I.3. - Discours du représentant de l'organisme de supervision, IRSG, Dr A.F.S. BUDIMAN	5
II.I.4. - Discours du représentant de l'organisme d'exécution du projet (PEA), UNOPS, M. Djiby DIOP	7
II.II - RESUME DE LA SESSION SCIENTIFIQUE	7
II.II.1. - Présentation du coordinateur du projet (B. NKOONKAM)	7
II.II.2. - Présentation des représentants des laboratoires centraux	7
II.II.3. - Bilan des essais inter-laboratoires au niveau régional (A. FLORI)	8
II.II.4. - Valorisation du caoutchouc produit par les planteurs villageois en Afrique de l'Ouest et en Afrique Centrale (J. SAINTE-BEUVE)	9
II.II.5. - Effet de la maturation et du stockage sur la variabilité de la macrostructure du grade TSR 10 (E. EHABE)	9
II.II.6. - Bilan, synthèse et nouvelles approches pour évaluer la qualité SAR (S. PALU)	9
II.II.7. - Production et caractérisation de caoutchouc naturel de faible masse molaire époxydé (A.K AKINLABI)	9
II.III - RESUME DE LA REUNION TECHNIQUE	9
II.IV - REUNION DE CLOTURE DU SEMINAIRE	10
II.IV.1. - Compte-rendu de la réunion des Directeurs	10
II.IV.2. - Conclusion du Secrétaire Général de l'IRSG	11
II.IV.3. - Conclusion du représentant de l'UNOPS	12
II.IV.4. - Conclusion de la représentante du CFC	12
III - CONCLUSION	13

ANNEXES

Annexe 1 - Programme du séminaire

Annexe 2 - Présentations lors de la session scientifique

CHRONOLOGIE DE LA MISSION

Lundi 9 juin : Trajet Paris/Yaoundé

Mardi 10 : Ouverture officielle du séminaire par le Ministre de la Recherche Scientifique et technique du Cameroun et les représentants du Fond des Produits de Base (CFC) et de l'International Rubber Study group (IRSG)
Session scientifique

Mercredi 11 : Fin de la session scientifique
Réunion d'évaluation du projet avec les représentants du CFC, de l'IRSG et de l'UNOPS
Réunion des Directeurs

Jeudi 12 : Visite de terrain sur la station de l'ICRAF/IITA de Balmayo

Vendredi 13 : Réunion de clôture du séminaire
Retour sur Douala. Visite à un manufacturier du caoutchouc, la CIAC
Retour sur Paris en fin de journée

Samedi 14 : Arrivée Paris-CDG et Montpellier

PERSONNES RENCONTREES

- M. Zacharie PEREVET, Ministre de la Recherche Scientifique et Technique du Cameroun
- Mme E. BROWN du Fond Commun des Produits de Base (Commodities Funds : CFC)
- Dr AFS BUDIMAN, Secrétaire Général de l'ITSG
- M. REBOUL, Délégué du CIRAD au Cameroun

Représentants du bureau de l'UNOPS à Abidjan :

- M. Djiby DIOP, Représentant de l'agence d'exécution du projet (PEA), l'UNOPS
- B. NKOUMKAM, Coordinateur du projet CFC/UNOPS

Représentants du NRRP-IARD Ekona (Cameroun) :

- S. GOBINA, Responsable du programme national de recherches sur l'hévéa au Cameroun
- M. YOGUE, Gestionnaire programme Hévéa, NRRP/IRAD-Ekona
- E. EHABE, Technologue en formation au CIRAD, NRRP/IRAD-Ekona
- F. NGOLE MASANGO, Université de Buea

Représentants du CNRA (Cote d'Ivoire) :

- M. SYLLA, Chef du centre de Bimbresso
- A. ALLET DON, Technologue, programme Hévéa, CNRA-Bimbresso, Côte d'Ivoire

Représentants du CATH (Gabon) :

- Mme SAMBO-KOMBILA, Directrice du CATH
- M. A. FAUBERT, Responsable du laboratoire de spécification du CATH

Représentants du RRIN (Nigeria) :

- Dr NADOMA, Directeur du RRIN
- Dr AKINLABI, Technologue du caoutchouc au RRIN
- Dr. OKWU, Technologue au RRIN

Représentants des usiniers :

- D. WONKAM, Responsable qualité, CDC Cameroun
- Dr. NAMIJO, Direction du groupe caoutchouc CDC Tiko
- H. DJOMO, Chef du service technologie de GMG/HEVECAM au Cameroun
- M. KONAN N'GUESSAN, Compagnie des caoutchoucs du Pakidié
- M. MUTSAARS, Directeur Général de la SAFACAM, Cameroun
- C. FILIOL, Directeur de la Compagnie des Industries Africaines du caoutchouc (CIAC-Douala)

I - OBJECTIFS DE LA MISSION

Sur invitation du coordinateur du projet sur l'amélioration et le contrôle de la qualité du caoutchouc africain, projet sur financement du Fond Commun des Produits de Base (CFC), trois représentants du CIRAD, J. SAINTE-BEUVE (chef du programme hévéa), A. FLORI (statisticien du programme palmier) et S. PALU (technologue du programme hévéa) ont participé au séminaire final du projet ACNA/CFC/UNOPS. Les objectifs de la mission étaient les suivants :

- ⇒ participer aux réunions de clôture du projet avec les instances de financement du projet (CFC, IRSG et UNOPS) et les instituts de recherches sur le caoutchouc des pays participant au projet (NRRP/IRAD, CATH, CNRA, RRIN) ;
- ⇒ faire un bilan de la mise en place des essais inter-laboratoires entre les laboratoires centraux et les usines des pays participant au projet (A. FLORI) ;
- ⇒ présenter les derniers résultats du laboratoire de chimie-technologie de l'hévéa du CIRAD-Montpellier pour la deuxième série d'essais sur la variabilité du caoutchouc naturel africain (S. PALU) ;
- ⇒ faire un bilan de l'appui du programme hévéa du CIRAD au projet dans le domaine de l'équipement des laboratoires et de la formation (J. SAINTE-BEUVE) ;
- ⇒ proposer un nouveau projet sur la qualité du caoutchouc naturel des planteurs villageois africains (J. SAINTE-BEUVE).

II - COMPTE-RENDU DE REUNIONS

II.I - RESUME DES INTERVENTIONS D'OUVERTURE

Le séminaire a débuté par un discours officiel du Ministre de la Recherche Scientifique et Technique de la République du Cameroun, M. Zacharie PEREVET.

Après l'ouverture officielle, des discours d'introduction ont été présentés par :

- le Directeur de l'organisme d'accueil, le NRRP/IRAD du Cameroun, M. GOBINA Mokolo Simon ;
- la représentante de l'agence de financement du projet (Le Fond pour les Produits de Base / CFC), Mme Eltha BROWN ;
- le Secrétaire Général Exécutif de l'International Rubber Study Group (IRSG), Dr A.F.S. BUDIMAN ;
- le représentant de l'agence d'exécution du projet (PEA), l'UNOPS, M. Djiby DIOP.

II.I.1. - Discours d'introduction du représentant de l'organisme d'accueil (NRRP/IRAD)

M. GOBINA a rappelé les objectifs principaux du projet sur l'amélioration et le contrôle de la qualité du caoutchouc naturel africain qui étaient de développer et d'instituer un label commun pour le caoutchouc naturel africain et d'harmoniser les méthodes de contrôle par les laboratoires des pays participants.

Il a rappelé que le projet devait être exécuté en deux phases : une première phase sur l'amélioration de la qualité et sur le contrôle du caoutchouc naturel africain qui a été exécutée, une deuxième phase qui devait s'intéresser au transport et à la commercialisation du caoutchouc naturel africain mais qui n'a pas été abordée par le projet.

Il a rendu hommage aux efforts de l'agence qui a financé en majorité le projet (CFC) et aidé à augmenter le potentiel des laboratoires par la formation du personnel et l'achat de nouveaux équipements indispensables aux laboratoires.

II.I.2. - Discours d'introduction de la représentante de l'agence ayant assuré le financement (CFC), Mme Eltha Brown

La représentante du CFC, Mme Eltha Brown, a remercié au nom de son Directeur, le Dr Rolf BOEHNE, tous les participants. Elle a remercié les organisateurs de l'avoir invitée et s'est réjouit d'avoir participé à ce projet avec les autres institutions.

Elle a indiqué que cet atelier est la fin du projet en ce qui concerne le financement par le CFC. Elle a rappelé que le projet avait aussi pour but d'améliorer les revenus et le bien-être des planteurs villageois africains par l'amélioration de la qualité des produits et l'accès à des marchés pour le caoutchouc africain.

Elle a rappelé que le CFC a été créée en 1989, comme une organisation inter-gouvernementale dans le cadre des Nations Unis. Le CFC a actuellement 104 pays participants. Les fonctions de l'agence sont d'évaluer, d'accorder, de superviser et d'assurer le suivi de projets. Le CFC favorise une approche sur les produits de base (commodités) plutôt qu'une approche pays, étant donné que beaucoup de pays peuvent bénéficier des résultats générés par les projets, un travail en partenariat avec d'autres organisations internationales sur les produits de base (ICB) est favorisé. Ces organisations (ICB) sont au nombre de 24 et parmi elles, il y a l'International Rubber Study Group (IRSG) qui est l'organisation reconnue pour le caoutchouc et donc l'organisme de supervision de ce projet et de tous ceux qui concernent le caoutchouc. Le projet actuel est l'un des 8 projets dans le secteur du caoutchouc. Le financement total de ces projets est de 13 millions USD, dont 50% est apporté par le CFC.

En conclusion, elle espère que tous les acquis et savoir faire du projet seront partagés avec les autres pays qui s'intéressent au caoutchouc. Elle espère aussi que cet atelier apportera plus de coopération au niveau international et régional, dans le but d'améliorer le bien-être des producteurs villageois de caoutchouc naturel.

II.I.3. - Discours du représentant de l'organisme de supervision, IRSG, Dr A.F.S. BUDIMAN

Il a rappelé que l'IRSG est devenu l'agence de supervision du projet après la disparition de l'INRO et indique sa satisfaction de voir que le projet sur l'amélioration de la qualité et le contrôle du caoutchouc naturel africain se termine.

Il rappelle que le projet initial a débuté en 1996 sous le contrôle de l'Association des pays producteurs de caoutchouc naturel en Afrique (ACNA), comme organisme d'exécution

(PEA) du projet, jusqu'à la mi-2000. En juin 2001, une agence des Nations Unies, l' UNOPS, par le biais de sa Division II en Afrique, a repris la responsabilité du suivi de l'exécution, en même temps que l'IRSG est devenu l'organisme de supervision du projet en août 2001 après la dissolution de l'INRO en juillet 2001.

Il se réjouit que le projet ait renforcé la qualité du caoutchouc au niveau national de pays comme le Cameroun et la Côte d'Ivoire, et espère qu'il en sera de même pour le Nigeria et le Gabon.

Il a indiqué que l'IRSG a 17 pays membres, et que parmi eux, un seul est un pays africain, le Cameroun. Il espère que des anciens pays membres comme la Côte d'Ivoire et le Nigeria rejoindront l'IRSG. Cette organisation basée à Londres est la seule organisation sur les produits de base (ICB), reconnue pour le caoutchouc par le Fonds Commun (CFC).

L'IRSG est un forum qui s'intéresse à la demande et à l'approvisionnement en caoutchouc naturel et synthétique. Il s'intéresse aux aspects de commercialisation, de transport, de distribution, aux statistiques et prévisions des marchés, aux études technico-économiques du producteur jusqu'au manufacturier, et à la vente de produits en caoutchouc.

Selon les estimations de l'IRSG, la demande en caoutchouc naturel devrait augmenter de 6.6% en 2003. En 2002, la production africaine n'a représenté que 5% (372.000 tonnes) de la production mondiale de caoutchouc naturel. Cela correspond à un déclin de 7% par rapport à la production de 1970, une tendance qui doit être inversée. Tous les indicateurs montrent un climat favorable pour une expansion du caoutchouc naturel africain sur le long terme, principalement pour la production par les planteurs villageois. La tendance des grands pays producteurs asiatiques de caoutchouc naturel est d'approvisionner la Chine. Les utilisateurs européens se tourneront de plus en plus vers l'Afrique pour leur approvisionnement.

Il a indiqué que si l'IRSG a la conviction que des pays producteurs ont amélioré la qualité du caoutchouc pour l'amener au niveau des standards asiatiques, des pays sont encore loin de pouvoir produire une qualité SAR à cause principalement de problèmes administratifs. Les principaux problèmes du caoutchouc naturel africain sont liés aux retards dans le transport, à l'emballage pas toujours satisfaisant, au caoutchouc non sec et au manque de constance spécialement sur le critère de la viscosité Mooney.

Le Secrétaire de l'IRSG a indiqué qu'à l'occasion de son passage à Yaoundé, il a pu rencontrer les autorités camerounaises et garde l'espoir que la prochaine assemblée générale

de l'IRSG soit organisée à Yaoundé en mars ou avril 2004. Ceci permettra de relancer l'intérêt de l'Afrique dans l'industrie du caoutchouc et d'inciter les pays africains à s'inscrire à nouveau à l'IRSG.

II.I.4. - Discours du représentant de l'organisme d'exécution du projet (PEA), UNOPS, M. Djiby DIOP

L'UNOPS, créée en 1995, était préalablement un service du PNUD. Le rôle premier de l'UNOPS dans le projet a été de préparer un inventaire des équipements, de s'occuper des achats demandés et approuvés pour les CTL.

Il a remercié tous les participants et rappelé que l'UNOPS collabore avec des organismes comme les Nations Unies, la Banque Mondiale. Il coordonne et suit l'exécution des projets. Il espère que ce projet aura été bénéfique à tous les pays participants.

Il souhaite que la pérennité du projet soit instituée et consolidée.

II.II - RESUME DE LA SESSION SCIENTIFIQUE

La session a été présidée par le Secrétaire Général de l'IRSG. Les présentations sont fournies en annexe 2 et un résumé donné dans ce paragraphe.

II.II.1. - Présentation du coordinateur du projet (B. NKOUONKAM)

Le coordinateur du projet, B. NKOUONKAM, a rappelé les grandes lignes du projet dont les objectifs principaux étaient de supprimer le différentiel de prix entre le caoutchouc naturel des pays producteurs africains, avec celui des pays asiatiques, et d'éliminer les problèmes de qualité. Il a fait un bilan des activités du projet.

L'utilisation effective d'un label de qualité SAR n'a pas été atteint, cependant il y a bien eu la mise en place d'essais inter-laboratoires au niveau national et régional. Le personnel des instituts a reçu une formation appropriée au CIRAD à Montpellier ou localement. Il y a eu un renforcement des laboratoires centraux. Néanmoins, on peut se demander comment seront poursuivis les essais inter-laboratoires au niveau régional et la maintenance des équipements.

II.II.2. - Présentation des représentants des laboratoires centraux

Les faits marquants des représentants des laboratoires centraux de chaque pays participants ont été les suivants :

- a) Le représentant du CNRA-Bimbresso de la Côte d'Ivoire, M. ALLET DON, a rapporté que le dynamomètre MTS ne fonctionne toujours pas. La maintenance des équipements restera la difficulté majeure du laboratoire du CNRA. Les essais inter-laboratoires ont été un succès. Il a regretté que les essais chez le manufacturier n'aient pas pu être mis en place car la Côte d'Ivoire s'est beaucoup investie pour l'envoi des balles de caoutchouc. Il est important de définir la pérennité des essais interlaboratoires au niveau régional. Il a aussi indiqué que l'avenir de l'hévéiculture en Côte d'Ivoire repose désormais sur les plantations villageoises.
- b) La représentante du CATH au Gabon, a rapporté que malgré les vandalismes, les difficultés du CATH, et l'arrêt de la production de la société de plantation HEVEGAB, le laboratoire du CATH peut faire les analyses sur le caoutchouc grâce aux équipements reçus dans le cadre du projet.
- c) Pour le Nigéria, le Dr OKWU, a indiqué que le RRIN a bénéficié d'une extension du laboratoire, de l'achat de nouveaux équipements et de formation pour les responsables.

Le représentant du CIRAD, J. SAINTE-BEUVE a fait le point sur les deux axes forts de l'intervention du CIRAD : la formation et les équipements. Le projet a eu un impact important si on le juge par le nombre de rapports et de publications dans des revues scientifiques.

II.II.3. - Bilan des essais inter-laboratoires au niveau régional (A. FLORI)

Un bilan des deux essais inter-laboratoires organisés durant la période du projet a été présenté. Il en ressort que ces essais présentent l'intérêt principal de pouvoir signaler les dérives dans les procédures d'analyse et l'étalonnage des appareils. Leur maintien au-delà du projet paraît donc tout à fait nécessaire pour la qualité du caoutchouc africain.

La discussion sur la poursuite de ces essais au niveau régional a conduit à réfléchir sur les conditions dans lesquelles elle pourrait se réaliser, notamment sur le mode de financement pour l'envoi des échantillons aux autres laboratoires.

II.II.4. - Valorisation du caoutchouc produit par les planteurs villageois en Afrique de l'Ouest et en Afrique Centrale (J. SAINTE-BEUVE)

Le représentant du CIRAD a présenté une proposition de pré-projet sur le traitement post-récolte du caoutchouc par des coopératives de planteurs villageois africains pour améliorer la qualité, valoriser la production des planteurs villageois en assurant un meilleur revenu, tout en préservant les intérêts des usiniers transformateurs. On peut regretter que ce projet n'ait pas été l'objet d'un vrai débat parmi les représentants des pays participants à ce séminaire.

II.II.5. - Effet de la maturation et du stockage sur la variabilité de la macrostructure du grade TSR 10 (E. EHABE)

Cette recherche a été faite au laboratoire du CIRAD à Montpellier dans le cadre du projet. Elle a été publiée dans une revue scientifique de renom, le Journal of Applied Polymer Science.

II.II.6. - Bilan, synthèse et nouvelles approches pour évaluer la qualité SAR (S. PALU)

Les résultats des deux séries d'essais sur la mesure de la variabilité du grade SAR ont été présentés ainsi que ceux de l'étude rhéologique au RPA 2000 sur les échantillons de la deuxième série d'essais. Des études complémentaires en rhéologie des polymères avec cet appareil ou d'autres équipements sont à envisager, le secrétaire de l'IRSG ayant montré un intérêt pour des études additionnelles dans ce domaine.

II.II.7. - Production et caractérisation de caoutchouc naturel de faible masse molaire époxydé (A.K. AKINLABI)

Un travail de recherche sur la méthode et la caractérisation de caoutchouc naturel époxydé a été présenté par M. AKINLABI, technologue du RRIN.

II.III - RESUME DE LA REUNION TECHNIQUE

Le Secrétaire Général de l'IRSG a suggéré aux participants de réfléchir sur le moyen de continuer les activités techniques mises en place après la fermeture du projet. Il a proposé aux instituts de créer un secrétariat pour prendre la place de l'ACNA, chaque institut de recherches pouvant assurer la coordination entre instituts pour une période tournante de 2 ans. Le financement du secrétariat sera assuré par les pays participants. Tout nouveau projet présenté par ce secrétariat et qui nécessiterait un financement international, sera étudié par

l'IRSG qui le proposera pour financement au CFC. C'est aux instituts de décider entre eux et il trouve dommage que tout ce qui a été mis en place dans le cadre du projet s'arrête avec l'arrêt du financement CFC. Cet aspect devait faire l'objet d'une réunion des directeurs, mais elle a été annulée. Il faut donc que les directeurs se réunissent et fassent une proposition pendant ce séminaire.

La représentante du CFC a rappelé que la pérennité ou le prolongement du projet a déjà été évoqué. Le CFC avait demandé que les pays participant au projet lui fassent des propositions. Elle rappelle qu'aucune agence de financement n'acceptera de financer la continuité du projet actuel. Le CFC a envisagé d'engager un consultant pour réfléchir à la pérennité du projet, mais cette solution n'a pas pu être retenue. Le CFC serait déçu si aucune suite n'est envisagée après les efforts qui ont été faits pour le financement du projet depuis 1996.

Le représentant de l'UNOPS est lui aussi surpris que les instituts de recherches n'aient pas déjà suffisamment réfléchi à la suite des activités du projet actuel.

Pour le représentant de la Côte d'Ivoire, la continuité au niveau national ne pose pas de problème mais c'est surtout au niveau régional. Le représentant du Cameroun confirme la continuité au niveau national avec les usiniers, et suggèrent aux autres pays de partager la participation des instituts avec les usiniers de leur pays respectif. Il accepte de faire fonctionner le secrétariat pour la première année tel que suggéré par le Secrétaire Général de l'IRSG

En conclusion de la réunion technique, le représentant de l'IRSG s'inquiète du faible engagement de tous les pays participants. La pérennité du système mis en place dépendra en grande partie de la performance des laboratoires. Il existe une grande hétérogénéité entre les producteurs africains

II.IV - REUNION DE CLOTURE DU SEMINAIRE

II.IV.1. - Compte-rendu de la réunion des Directeurs

Un compte-rendu de la réunion technique des Directeurs a été présenté. Les positions suivantes ont été adoptées :

- Accord pour la poursuite des essais inter-laboratoires au niveau régional. Les échantillons seront transportés par un porteur voyageant en avion entre les quatre capitales. C'est la solution la moins coûteuse. La fréquence des analyses serait de 3 essais par an. Le Cameroun

confirme son accord pour assurer la coordination la première année. Un MOU sera proposé incluant la fréquence, les coûts et l'engagement des instituts nationaux. Le budget annuel pour chaque pays a été estimé à 1.2 millions de F. CFA.

- Maintenance des équipements en exploitant la compétence des instituts et non par l'envoi des équipements défectueux chez le fabricant. Etablissement d'un programme de maintenance entre laboratoire.
- Rédaction d'un manuel de qualité par les laboratoires.

Le représentant du CIRAD a proposé d'envisager de faire une analyse des résultats des essais inter-laboratoires car l'amélioration des résultats des laboratoires ne pourra se faire qu'avec un suivi des résultats. A. FLORI a indiqué que le logiciel fonctionne tout seul mais si ça ne marche pas, le CIRAD apportera son appui.

La Côte d'Ivoire a demandé quelles seraient les sanctions imposées si un institut (CTL) ne paye pas, le montant de 1,2 millions de F. CFA, somme peu importante. Il n'est peut-être pas nécessaire que tous les pays participent au début. Il faut inclure une clause sur ce sujet dans le MOU. Le Cameroun a proposé qu'un avertissement soit donné au laboratoire qui ne s'améliore pas car l'objet des essais est bien de maintenir la qualité des résultats et de s'améliorer.

L'IRSG est satisfait de la proposition des directeurs techniques, mais considère que ça reste un minimum. Si on ne peut pas mettre en place la poursuite des essais inter-laboratoires, comment pourrait-on proposer un autre projet.

Le représentant d'HEVECAM, a indiqué que la maintenance et la mise en marche hebdomadaire des équipements est une nécessité. Le représentant de la CDC propose que les laboratoires d'usines soient aussi inclus dans le programme, d'autant plus qu'ils participeront au financement. On peut faire l'analyse pour les 4 laboratoires centraux, pour ensuite l'étendre aux laboratoires d'usines.

II.IV.2. - Conclusion du Secrétaire Général de l'IRSG

Le projet a été difficile pour l'IRSG et la responsabilité de l'IRSG a été impliquée dans ce projet, vis-à-vis du CFC. L'IRSG a remplacé l'INRO dans l'urgence comme organisme de supervision du projet. L'ancien secrétaire de l'IRSG avait d'abord refusé de s'intéresser à ce projet. L'IRSG est satisfait de savoir que les essais inter-laboratoires seront poursuivis, car le

projet a bénéficié d'un traitement spécial comme la prise en charge de construction de bâtiments, d'installation électrique, de voyages d'études qui ne sont pas généralement financés. Cela risque de ne pas se reproduire. Le Dr BUDIMAN a rappelé son inquiétude concernant la survie de l'IRSG, le Japon ayant fait savoir son désir de ne plus cotiser à cet organisme international. Il est donc important que les pays africains deviennent membre de l'IRSG. Les producteurs de caoutchouc naturel en Afrique doivent se concentrer beaucoup plus sur l'Europe, compte tenu que les producteurs asiatiques se concentrent de plus en plus sur l'approvisionnement de la Chine. Ils ne doivent pas oublier que les utilisateurs demandent une assurance de qualité totale (Total Quality Insurance) également dans le transport et dans la commercialisation du caoutchouc.

II.IV.3. - Conclusion du représentant de l'UNOPS

Pour la fermeture des comptes, M. DJIBY DIOP a demandé, principalement au Nigéria, que le dernier rapport financier lui soit donné dans les deux semaines qui suivent la fin de la réunion.

II.IV.4. - Conclusion de la représentante du CFC

Le Fond Commun des Produits de Base a été la principale agence de financement du projet. A l'époque, le gain sur la décote appliquée a été estimé à 13 millions de \$US, ce qui a justifié le finacement de ce projet. L'objectif était bien d'éliminer cette décote du caoutchouc naturel africain. Pour le CFC, ce projet a été spécial, c'est un des plus gros projet financé pour le CFC : 2.9 Millions \$USD à comparer à la moyenne qui est de 1.5 millions \$USD. Il a été difficile car il a concerné plusieurs pays, il a été arrêté puis redémarré. En plus, l'organisme de supervision initial, l'INRO, a disparu et a été remplacé par l'IRSG, situation inhabituelle pour le CFC. Mme E. BROWN a remercié M. LOYEN qui s'était beaucoup investi dans ce projet, ainsi que M. NKPOLO, ex-secrétaire de l'ACNA. Elle a remercié aussi B. NKOUONKAM, sans qui le projet n'aurait pas pu redémarrer et le travail du CIRAD qui a indentifié les besoins du projet et a participé à son montage. Elle a proposé de faire aussi un bilan de ce qui a mal fonctionné dans le cadre du projet. Les mauvais fonctionnements indentifiés ont été les suivants :

- l'exonération des taxes gouvernementales ;
- les conditions du sous-contrat avec le consultant P. MITCHELL ;
- la formation des planteurs qui devait être organisée par le Nigéria, mais que le CFC pourrait à nouveau considérer comme additionnel au projet ;
- la dette de l'ANRA/ACNA vis à vis du CFC ;
- l'étude sur le transport et la commercialisation ;

- les coûts d'un dépôt de brevet sur le label SAR, rendu difficile par le fait que Michelin a déjà utilisé ce label avant le projet.

III - CONCLUSION

Le projet ACNA/UNOPS/CFC est définitivement terminé. Malgré les nombreuses difficultés rencontrées dans le cadre du projet, le CIRAD a rempli sa mission conformément aux termes de référence. Il est intervenu en tant que Consultant, seul moyen d'intervention depuis que la France se soit retirée de l'organisation du Fond commun des Produits de Base.

Les apports principaux de cette mission sont les suivants :

- ✓ renforcement des liens avec les instituts de recherches sur le caoutchouc en Afrique ;
- ✓ reconnaissance par le CFC et l'IRSG d'un partenariat apprécié avec le CIRAD en Afrique pour des projets dans le domaine du caoutchouc ;
- ✓ reconnaissance du rôle important de formation par la recherche du CIRAD dans le domaine de la qualité du caoutchouc ;
- ✓ ouverture pour un rôle centralisateur du laboratoire de contrôle de Montpellier dans le cadre d'essais interlaboratoires au niveau régional ;
- ✓ proposition par le CIRAD d'un nouveau projet dans le domaine du traitement post-récolte du caoutchouc villageois africain.

ANNEXES

Annexe 1 : Programme du séminaire

PROVISIONAL AGENDA**PROJECT NO: RAF/00/R72****Title: QUALITY IMPROVEMENT AND QUALITY CONTROL OF THE AFRICAN
NATURAL RUBBER****Tuesday 10 June**

8H30-9H30 a.m. : Registration of participants
Adoption of agenda

9H30-10H30: OPENING SESSION

- (A) Introductory notes
-Host Institution
-CFC
-IRSG
-UNOPS

OPENING SPEECH BY THE MINISTER OF SCIENTIFIC AND TECHNICAL RESEARCH

11H00 Coffee Break

- (B) Introductory notes on Project status by the UNOPS

(C) Progress Reports by the Project Implementing Institutions.
Contributions of the institutions from 1996- to date

NRRP Cameroon
CNRA Côte d'Ivoire
CATH Gabon
RRIN Nigeria
CIRAD-CP Montpellier

12H30 LUNCH

14H00-15H30 SCIENTIFIC SESSION

- (A) Summary of Testing activities by the Chief Technical, UNOPS
SAR Proficiency Testing (Interlab Testing Program)
SAR Variability Testing (VAR) **(20 minutes)**
- (B) Quality Assessment of Analytical Data in Central Testing Laboratories
Methodology for Sustainable Reliability. by Albert Flori, Cirad-CP
(20 minutes)
- (C) Macro-structural variability of TSR 10 natural rubber by Eugene Ehabe
(NRRP) and Jérôme Sainte Beuve (Cirad) **(20 minutes)**

15H30 BREAK

16H00

- (D) Transfer of Technology: The Project benefits to the Rubber Testing Laboratories by Jérôme Sainte Beuve (Cirad) **(20 minutes)**
- (E) A new approach to the quality assessment of the standard African Rubber (SAR) by Serge Palu, Cirad-CP **(20 minutes)**
- (F) Quality Improvement of the African NR: New prospects and pre-draft for a by Jérôme Sainte Beuve (Cirad) **(20 minutes)**
- (G) Intra-bale Variability of Technically Specified Rubber (Grade TDR 10) **(20 minutes)**

17H00-17H30 Technical Meeting NCO's and Experts Group
for preparation of reports and manuals

(NB other papers maybe presented on Wednesday 11 prior to the Directors Meeting)

Wednesday 11

9H30-10H30 Implementing Institution Directors Meeting with CFC, IRSG, UNOPS:

- Topics**
1. The issue of the Sustainability of activities beyond the Project term equipment maintenance, training, interlab testing within the national scheme, interesting at regional level, etc
 2. Eventual transfer of CFC equipment items to beneficiary country institutions conditions and plan of action
 3. Closing Session of Workshop
Closing remarks by the IRSG
Closing remarks by the CFC
Closing remarks by the UNOPS

10H30-11H00 Coffee break

11H30-12H30 Experts Meeting Continued
Drafting reports and Manuals

Afternoon. Visit to Authorities as organized by the host institution (MINREST)
Technical group should continue discussions and reports

Thursday 12 **Field trip as organised by the Host Institution**

Friday 13

9H00-11H00 Final Review Meeting

11H00-11h30 Coffee Break

11H30 Closing session
Closing remarks by the Host Country

*NB: The following Experts are to continue from 14-15, for reporting and printing
Simon Gobina, Eugene Ehabe, Pamela Soh Fri, Yogu  Michel, Stephen Namijo, Wonkam Dieudonn  and the CTA
(UNOPS) eventually S. Palu and or A Flori if confirmed. Subsequent working sessions with the same group at the
NRRP on the 17 and 18 June.*

Annexe 2 : Présentations lors de la session scientifique

UNITED NATIONS OFFICE FOR PROJECT SERVICES
UNOPS
ABIDJAN REGIONAL OFFICE AND AFRICA II DIVISION

TERMINAL DISSEMINATION WORKSHOP
YAOUNDE CAMEROON
JUNE 2003, 10-13
(B. NKOUON KAM)

QUALITY IMPROVEMENT AND QUALITY CONTROL
OF THE AFRICAN NATURAL RUBBER

INTRODUCTORY NOTES AND PROJECT STATUS

COUNTRIES: CAMEROON, COTE D'IVOIRE, GABON, NIGERIA
UNOPS PROJECT NUMBER: RAF/00/R72
CFC PROJECT NUMBER: IRS6/12
INITIAL CFC PROJECT NUMBER: INRO/04
DATE: JUNE 2003

CONTENTS

Abbreviations, acronyms and explanatory notes

INTRODUCTION

PROJECT ACHIEVEMENTS IN PHASE I

PROJECT ACHIEVEMENTS IN PHASE II

- Implementation of technical activities
- Procurement and delivery
- Training on Laboratory Instrumentation and Maintenance

CONCLUSION

ABBREVIATIONS, ACRONYMS AND EXPLANATORY NOTES

INTRODUCTION

The strategic objective of the Project was to improve the quality and to establish a process of Quality Certification of the African Natural Rubber in order to eliminate trade discount, i.e. the difference in price paid for the African NR as compared to rubber originating from Asia. To achieve this broader goal, a common certification process was to be established within a regional network of testing laboratories to guarantee the quality of African NR, regardless the country of origin.

Four African rubber testing labs located in Cameroon, Cote d'Ivoire, Gabon and Nigeria were identified as Project Implementing Institutions at National level, under the coordination of a Project Executing Agency (PEA).

The initial PEA was the Professional Association of the African Natural Rubber (ANRA), headquartered at Abidjan, Cote d'Ivoire.

The Rubber Program of the CIRAD Perennial Crops Department was committed as Technical Contractor for the procurement of qualified international experts, the training overseas of selected African Supervisory staff, and also for the implementation of some technical activities as required by the PEA, including the coordination of special testing activities in European public and private laboratories or Universities.

The total cost of the Project was initially estimated at USD 5,235,850 composed of

-CFC Grant: USD 2,927, 802

-Contributions in kind by the four beneficiary countries: USD 1,647,000

-Co-financing by the Government of France: USD 533,037

-ANRA contribution in kind: USD 142,560.

The Project activities were initially regrouped in six components:

- 1- establishment of a legal framework for quality control and certification at regional level
- 2- strengthening the four Central Testing Laboratories (CTLs)
- 3- developing procedures for classification and certification by the CTLs
- 4- developing an ANRA label and market testing of products certified this way
- 5- drawing up a regional quality control and certification scheme, based on experience acquired under the Project
- 6- disseminating the results.

The main purpose of the present Yaounde Workshop is to implement the above sixth component, by presenting the project achievements and outputs. Other points of discussion are the final evaluation of the Project as a whole and the issue of sustainability of project activities beyond this termination phase. The workshop shall be followed by the final CFC/IRSG review meeting.

According to the CFC Guidelines for Planning and Implementation of Dissemination Workshops, **"the Target Participant should be a representative of a member country who is capable of assimilating the technology and information presented at the workshop and is well placed**

to transfer or otherwise apply the knowledge gained for the benefit of the country represented".

While the heads of the four beneficiary institutions shall be elaborating on the issue of sustainability, the technical experts shall complete their duty by preparing the technical part of the project completion report and draft elements for a new manual and a handbook.

PROJECT ACHIEVEMENTS IN PHASE I

The first phase started in July 1996 with the establishment of a legal framework for a Regional Quality Certification Scheme. Memoranda of understanding (MOU) were signed between the initial PEA and the respective governments of the four beneficiary countries for the implementation of project activities and the government contributions in kind.

In each of the four countries, the research rubber testing lab was designated as Central Testing Laboratory (CTL), headed by a Project National Counterpart Officer (NCO) responsible for the implementation of Project activities within the National Scheme and for liaison with country based rubber companies, as well as with the PEA.

Relevant MOU was equally signed to guide the implementation of Project activities, with the CATH Gabon, the CNRA Cote d'Ivoire, the IRAD/NRRP Cameroon and the RRIN Nigeria.

A last MOU was signed with the Government of France for a co-financing in two components: the salary of the Project Manager and the local training of small holders.

In November 1996, no less than 50 experts joint their efforts during two weeks at Benin City Nigeria, to lay out basic principles for quality control and a common specification scheme: the Standard African Rubber (SAR). Those experts were from African rubber companies, a major rubber buyer/consumer, the four CTL, the CIRAD-CP and the initial PEA. After this initial step, a series of Technical Meetings led to the publication in 1997 of two SAR Manuals respectively entitled:

- Guidelines for Collection and Processing**, for the control of rubber quality from the field throughout to the factory (size reduction, drying, packaging, bale sampling, etc).
- Specifications and Test Methods**, comprising 11 standards for rubber testing, grading and certification.

Basic documentary structure was further designed to set the minimum requirements for the running of SAR laboratories, the equipment calibration/maintenance, the organization of crosschecks within the regional network of laboratories, and the establishment of a regional Technical Committee (SAR/TC) for the Supervision of the SAR Scheme.

The applicability of SAR Standards was to be assessed through regular crosschecks at national level and through a Proficiency Testing scheme at regional level.

The first regional inter-lab was organized during the first phase and the report was issued in January 2000.

A Variability Testing was also initiated that involved rubber factories and laboratories of Cameroon, Cote d'Ivoire, Gabon and Nigeria, with the participation of the CIRAD laboratory of Montpellier France.

Those two fundamental tools for quality control and continuous quality improvement were to be sustained during the second phase and should be sustained beyond the Project term.

The capacities of the four CTLs have been reinforced through the training of four Rubber scientists in France and in the UK (MSc courses), further two to three-month research training at CIRAD Montpellier, local training in Applied Statistics, Equipment Calibration/Maintenance. This component was completed with the procurement of modern laboratory equipment items, chemical, glassware, microcomputers, various accessories and field vehicles (4-wheel Drive).

The counterpart contributions in cash and in kind, in synergy with the above CFC funded services and equipment items, significantly enhanced the performances of the CTLs and permitted to gather and share number of results that could not have been acquired by any individual national scheme or laboratory alone.

Previous reports have been submitted to the CFC and the SB and are listed in a separate synoptic document prepared in August 2000.

The first phase of the Project was concluded with a Mid-term Review and Evaluation Mission conducted by the initial SB (INRO) and the CFC from 18 November to 3 December 1999.

Based on the weaknesses of the initial PEA as reported by the Mission, the CFC decided to partially suspend the Project. ANRA was relieved of all financial and administrative responsibilities. The UNOPS was later identified as new PEA, to take over the functions relinquished by ANRA, with the remaining financial resources available (SDR 517, 828, approximately equivalent USD 674, 000 at that time).

From January 2000 to January-February 2001 when a new Project Agreement was signed by the CFC, the UNOPS and the initial PEA, the Project activities could continue only in those national schemes that were capable to generate local financial resources.

Many reports and correspondences on that period were made available to all Project related institutions and to governments of the beneficiary countries.

PROJECT ACHIEVEMENTS IN PHASE II

The Project office was physically relocated at the UNOPS Abidjan in March 2001.

New terms of reference were drawn up for the four Project implementing institutions, the respective NCOs, and for each of the three CIRAD expert involved in the Project.

A new Contract was signed between the UNOPS and the CIRAD-CP, with a clear definition of international experts' scope of intervention.

Implementation of technical activities

On-site activities were re-launched by the means of a Technical Workshop at Douala in June 2001, with the participation of the four CTLs, the CIRAD experts, HEVEGAB Gabon, CDC and HEVECAM Cameroon, and the UNOPS. The workshop was followed by training sessions on Applied Statistics at the NRRP Lab (Ekona) and at the CDC rubber factory (Tiko).

Experimental protocols were reviewed for the two testing program (Proficiency Testing and Rubber Variability Testing) that were incepted during the first phase.

Results of the second cycle of Proficiency Testing were presented in UNOPS annual report in December 2001.

A second Variability Testing Program was implemented in Cote d'Ivoire and Cameroon from March to June 2001. Part of the sample product was further submitted to special testing (molecular characteristics at CIRAD lab Montpellier and Dynamic behaviour on RPA 2000 at Alpha Technology Belgium).

Detailed reports have been submitted by the CIRAD-CP on this long and complex operation. It took nearly 9 months from the time the sampling and testing campaign was completed at the Production end to the date the report on the last testing operations reached the UNOPS office (April

2003). This was due to the difficulty in finding a period when the access to the private laboratory cooperating would not disturb its own activities.

Results shall be presented during the scientific sessions of the dissemination workshop by the contributors from Cameroon, Cote d'Ivoire and France.

Representatives shall also present the contributions of their country to Project achievements from its inception to-date, with emphasis on the last twelve-month activities as their progress reports are being submitted only now.

Procurement and Delivery

After a review of activities, each Project NCO presented a self evaluation of his national scheme in the course of Douala Workshop. A budget for the procurement of supplementary small equipment items, accessories, chemicals, glassware, and a financial provision for local purchase was prepared by the four NCO.

Goods were later procured by the UNOPS through the International shopping procedure that amounted to roughly USD 42, 721 and were delivered in the four beneficiary countries.

One 4WD vehicle was delivered in Cameroon and one in Nigeria for a total USD 42, 700.

The CTLs of Cote d'Ivoire and Gabon had received their vehicles during the Project first phase.

Local procurement was provisioned to the tune of total USD 68,881 for the four Project Implementing Institutions. Blanket payment authorizations were issued to the country UNDP resident representatives to cover the CTL cost of testing solvents, small materials, maintenance of lab equipment and vehicle, travel and other basic needs.

Training on Laboratory Instrumentation and Maintenance

At the beginning of the Project, the overseas training component was focused on rubber science and technology to conform to the initial budgetary provision of the Project Appraisal Report. Two years after installing the lab equipment items acquired under the Project, maintenance problems were reported by all CTLs, mostly with the plastimeters. It was also reported that the software units delivered with ODR Rheometers and Tensile Testers were not easy to manipulate though in the case of the ODRs, the supplier's specialists did the on-site installation themselves and even trained the users in each country.

The Training Program on maintenance was thus listed as a priority by the Mid-term Review Mission, but the idea of another overseas training was abandoned as there was not enough guaranty that the skills acquired would remain at the disposal of the Project and the beneficiary countries.

Further to the conclusions of the CFC/IRSG Supervisory Mission of December 2001 and the CFC/UNOPS Mission of April 2002, it appeared

necessary to implement such a program, but in a shorter time than the initial three months.

A two-week training program was finally implemented in France and in the UK in September 2002. The training took place in the following companies:

- MTS, Creteil France, training on the Universal Tensile Tester
- TECHNO-LOIRE, Tours France, supplier of the two-roll mill, the double-day light press, and the 15-ton press
- SHEEN Company Kingston England, new owner of Wallace marks and Negretti Viscometer marks
- Alpha Technologies Swindon England, maker of the ODR 2000 Rheometers presently installed in each of the four CTLs.

Each trainee was given a Certificate respectively by the Sheen Company for the Maintenance of Wallace Plastimeter, and by Alpha Technologies for the Maintenance and Calibration of the ODR 2000 Rheometer.

The journey started with a 2 days preparatory works at the CIRAD Montpellier and ended with an IRSG Seminar organized for the Project Delegation by Dr Budiman and his collaborators.

Based on reports from the trainees, this training program ought to have been organized at an earlier stage of the Project and for a longer time.

The reports prepared by the trainees are self explanatory.

Few weeks after the Training Program, many Plastimeters were repaired by some trainees, two more readable Trouble shooting has been prepared by

Ehabe and Wonkam for the users of ODR 2000 Rheometer and the Wallace plastimeter accordingly.

The synthesis of all the reports shall be part of a new Manual of Procedures. The training objectives were achieved, except perhaps for the representative of Gabon whose journey ended in France as he had no Entry visa for the UK. Moreover, no mission report has been submitted by him, and he seems to have left the CATH, thus confirming the fears of the Funding Body as expressed initially about training overseas.

CONCLUSION

In the draft mid-term review report, it was indicated that 80% of the Project objectives had been achieved. This was in December 1999, before the project period of inactivity.

Though the rules for the attribution of this score of 80% was not disclosed, that average seemed fair taken at regional level. As far as national schemes are concerned, the scores would certainly not be the same from one country to the other.

At the Project completion in June 2003, only one objective remains far from being achieved, that is the acceptance by the one major buyer of the idea of sharing a common product label with other rubber companies.

All technical aspects of the SAR scheme have been developed under the Project and are fully documented.

The methodology for the Proficiency Testing Program has been established as a tool for evaluation of Quality Assurance in African rubber testing laboratories and also for product and process certification. This has

permitted to minimize measurement variability in Central Testing Laboratories as well as in company laboratories.

A reliable set of Quality indicators has been made available to African rubber processors.

Those indicators must be used for a regular assessment of the measurement systems and the continuous improvement of such systems through remedial actions.

The Variability Testing Program led to a better and deeper knowledge of the African Natural Rubber. Results obtained during the past twelve months showed really promising and should be published. Further investigation with the rubber process analyzer RPA 2000 gave a good sum of information on rubber from Ivorian and Cameroonian based companies. This program should be continued with the same partners and with a full coverage of the twelve-month seasonal cycle, if any other Project is to take over from where the present one is ending. Gabon sole rubber factory had discontinued its production at the period of sampling operations. No rubber sample bale was sent by the Nigerian Scheme to CIRAD as initially scheduled.

The training component has been the greatest point of satisfaction under the Project. The Project paid for the training of four Masters of Science five years ago. Three of them are completing their Doctorate degree and have published a number of papers in respectable scientific journals.

Quality/Certification Managers of rubber companies benefited from the training sessions and also contributed a lot into the Project achievements

In the conclusion of UNOPS report last year, it was stated that two National Schemes have proved their capacity in implementing the Project activities according to pre-established plans every time that necessary resources were made available to them.

One year later this statement remains valid. Their total outputs under the project are far beyond the initial commitments. Those countries should continue joining their efforts for the sustainability of testing and maintenance activities.

L'ÉVALUATION DE LA FIABILITÉ DES LABORATOIRES CENTRAUX

Albert FLORI - CIRAD-CP

Introduction

Au début du projet pour l'amélioration de la qualité du caoutchouc, les laboratoires de quatre instituts nationaux de recherches sur le caoutchouc ont été identifiés comme relais pour mettre en place un système de contrôle qualité à l'échelle régionale. L'importance de ces laboratoires vient du rôle qu'ils jouent à un niveau national en tant qu'appui pour les laboratoires d'usine et comme référence pour les autorités pour certaines questions légales concernant la qualité du caoutchouc et la définition des normes. Un des axes principaux du projet a donc été de renforcer les laboratoires centraux pour les amener à un niveau internationalement acceptable.

Pour cela, des mesures directes ont été prises pour obtenir des progrès immédiats : fourniture de matériel moderne, renforcement des compétences techniques du personnel et adoption de procédures standards. D'autres activités visaient à rendre ces progrès durables. Par exemple, il a été décidé de renforcer les capacités des CTL en traitement des données afin de leur permettre une plus grande maîtrise dans l'analyse des phénomènes. De même, un système d'essai inter-laboratoires a été institué pour prévenir les dérives et les fausses interprétations des procédures.

Pour renforcer leurs capacités en traitement des données, les CTL ont été équipés de micro-ordinateurs et du logiciel statistique JMP. Des cours de formation en statistique appliquée ont eu lieu en 1999 et 2001. L'objectif de ces cours était de présenter les techniques employées pour quantifier et étudier la variabilité d'une manière précise.

La mise en œuvre d'essais de comparaison inter-laboratoires constituait un moyen intéressant de continuer sur le long terme l'action du projet. Cette initiative semblait prometteuse pour faire converger les laboratoires et signaler d'éventuelles déviations.

I. Les tests d'aptitude par comparaison inter-laboratoires

L'utilisation des essais inter-laboratoires est une pratique courante. Depuis longtemps des groupes de laboratoires de divers secteurs de l'industrie échangent des échantillons périodiquement afin d'ajuster les résultats de leurs mesures. L'importance croissante donnée à l'assurance qualité dans toutes les branches de l'économie a beaucoup poussé à la diffusion de ce genre de réseaux d'essais ces dernières années. Récemment, des normes internationales ont été adoptées pour harmoniser leurs procédures. Fondamentalement, ces réseaux possèdent un organisateur dont la responsabilité est d'expédier périodiquement des échantillons du même matériel à tous les membres. Il centralise ensuite les résultats et les analyse. Quelques-uns de ces réseaux sont remarquables par leur dimension internationale et le nombre de laboratoires qui y participent. Par exemple, le réseau organisé par l'université d'agriculture de Wageningen aux Pays-Bas rassemble plus de 250 laboratoires d'analyse du sol situés dans soixante-dix pays. Le but de la plupart de ces réseaux est avant tout de vérifier la compétence d'un laboratoire, pris

comme un tout, à produire de bonnes mesures. Les sources de variation à l'intérieur du laboratoire (personnel, équipement, aléa) ne sont pas considérées habituellement comme faisant partie des compétences du réseau. Dans certains réseaux, le protocole est construit de manière à pouvoir examiner si les résultats d'un laboratoire dépendent du type de matériel mesuré.

L'avantage le plus important des tests d'aptitude est qu'ils fournissent aux laboratoires participants une évaluation régulière de leurs pratiques. Un autre avantage de ces tests est qu'ils incitent les laboratoires à améliorer leur façon de faire. L'expérience montre qu'au cours des cycles successifs d'un réseau d'essai, les performances des participants augmentent.

En ce qui concerne le caoutchouc naturel, quelques manufacturiers organisent de temps en temps des essais croisés avec certains laboratoires. Cependant, le détail de la méthodologie utilisée pour ces essais n'est pas toujours disponible pour les laboratoires et les participants doivent faire confiance à l'organisateur pour l'usage qu'il fait des résultats.

Un réseau d'essai inter-laboratoires organisé à un niveau international existe depuis longtemps. Cet essai est organisé par l'IRA et accueille une vingtaine de laboratoires.

Le protocole adopté pour les essais IRA est très complet. Il permet d'apprécier l'exactitude des mesures effectuées par un laboratoire pour deux matériaux différents et il permet d'évaluer l'importance des erreurs aléatoires affectant une mesure.

Pour ces essais, deux échantillons d'un matériel A et deux échantillons d'un matériel B sont envoyés chaque trimestre aux laboratoires participants. Les laboratoires effectuent l'analyse des quatre échantillons en mesurant les neuf propriétés habituelles (Impuretés, P0, P30, PRI, Matière volatile, N, Cendres, Couleur et Viscosité Mooney) et transmettent les résultats à l'IRA. L'IRA analyse les données et produit un rapport comprenant un résumé des propriétés anormales pour chaque participant et, pour chaque propriété, des statistiques détaillées ainsi que le diagramme de Youden. Ce diagramme indique directement les laboratoires anormaux pour une propriété donnée. Cependant, les statistiques employées pour détecter une anomalie pour un laboratoire sont calculées sur les valeurs observées elles-mêmes après exclusion des éventuelles valeurs aberrantes. Ceci peut être un problème lorsque l'essai compte trop peu de participants. Dans une telle situation, la localisation de l'ellipse de Youden est imprécise et pourrait conduire soit à indiquer comme anormaux certains résultats acceptables si les laboratoires sont tous satisfaisants, soit au contraire à accepter des résultats faux si les performances de quelques laboratoires sont mauvaises.

II. Programme d'essai entre laboratoires pour le réseau de SAR

Pendant la période du projet, il a été décidé en première approche d'effectuer des essais entre les CTL du réseau SAR. Deux séries d'essais ont pu avoir lieu. Plusieurs raisons ont conduit à l'organisation d'essais spécifiques au projet :

- La simplicité : l'existence du projet a accru les relations entre CTL. La création d'un système de contrôle mutuel a semblé naturelle.
- La réduction des coûts : le travail d'interprétation devant être fourni par les experts du projet, le coût d'un cycle se réduisait aux frais d'expédition régionale des échantillons.
- Le besoin d'autonomie : dans l'optique de créer le label SAR, créer un test autonome était indispensable.

- Le besoin de progressivité : la grande hétérogénéité entre les membres du réseau demandait de fixer des objectifs de précision plus faibles dans les premiers cycles que dans un test de niveau international.

Le protocole des essais a été choisi de manière à pouvoir évaluer la justesse et la répétabilité de chaque appareil dans chaque laboratoire pour deux types de caoutchouc différents. Descendre au niveau de l'appareil est d'un intérêt certain pour les laboratoires qui pouvaient juger chaque équipement individuellement. Cela permet également d'augmenter le nombre de mesures presque indépendantes et facilite la détermination de la valeur de référence pour chaque propriété.

Le protocole demande d'envoyer pour chaque appareil un jeu de cinq échantillons de 360g pris au hasard dans une balle de grade L et un jeu de cinq échantillons prélevés dans une balle de grade 10. Les laboratoires doivent effectuer les neuf analyses habituelles. Les résultats doivent être mis dans une feuille Excel conçue à cet effet et renvoyés à l'organisateur du cycle.

Il avait été convenu de noter la performance des laboratoires par des statistiques permettant d'évaluer la qualité du calibrage des appareils et de leur répétabilité. Ces statistiques sont les Z-scores calculés à partir d'un écart-type cible donné a priori, et les K-scores.

Le Z-score est la mesure de performance recommandé pour les tests d'aptitude. Il égal à l'écart entre le résultat obtenu par un labo et la valeur de référence, divisé par l'écart-type cible. La valeur de référence est la valeur que l'on considère comme la valeur exacte de ce qui a été mesuré. On l'estime par la médiane des résultats obtenus par tous les laboratoires. L'écart-type cible correspond à l'amplitude jugée normale pour les erreurs aléatoires. Les valeurs d'écart-type cible pour chaque propriété ont été fixées par les experts du projet au vu des résultats de la première série d'essai.

Si l'écart entre le résultat obtenu et la vraie valeur est 2 fois plus grand que l'amplitude normale des erreurs ($Z\text{-score} > 2$), le résultat obtenu est douteux. Si l'écart entre le résultat et la vraie valeur est 3 fois plus grand que l'amplitude normale des erreurs ($Z\text{-score} > 3$), le résultat est jugé insatisfaisant.

Le K-score est une mesure de la répétabilité des résultats à l'intérieur d'un laboratoire. Il est égal à l'écart-type entre les répétitions sur un même appareil divisé par la moyenne de ces écarts-type sur l'ensemble des laboratoires. De la même manière que le Z-score, un K-score compris entre 2 et 3 est jugé douteux et un K-score supérieur à 3 est insatisfaisant.

Un programme réalisé sous Excel permet d'effectuer ces calculs. Les résultats de chaque laboratoire sont disposés sur une feuille sur laquelle est également représentée l'ellipse de Youden. Le responsable de laboratoire peut ainsi situer ses appareils d'un seul coup d'œil.

Les feuilles de résultats d'un laboratoire lui sont expédiées par les organisateurs du cycle.

III. Résultats du programme d'essais inter-laboratoires du réseau

Le premier cycle des essais SAR a eu lieu en janvier 2000. La participation était réduite à cinq laboratoires (les 4 CTL et le laboratoire du CIRAD). Tous les laboratoires sauf un avaient deux

lignes d'appareils. Un total de neuf jeux d'échantillons a donc été préparé. Ce cycle a mis en évidence les difficultés que présentait la préparation des échantillons et le coût prohibitif des expéditions par courrier express. Cependant, tous les échantillons ont été analysés selon les normes et les résultats ont été recueillis par les organisateurs. Des indicateurs de qualité ont été élaborés et ont permis de classer chaque ligne d'appareil dans chaque laboratoire participant. Les Z-scores moyens par laboratoire (tableau 1) étaient pour la plupart satisfaisants. L'un des CTL cependant (laboratoire 4), semblait loin de maîtriser le processus pour la majeure partie des paramètres de spécification.

LABO	Impureté	Cendres	Matière Volatile	N	P0	P30	PRI	Viscosité Mooney	Lovibond
1	1.70	1.10	0.07	0.65	0.94	0.41	0.22	0.45	0.55
2	2.60	0.70	0.10		0.70	0.19	0.45	0.77	0.15
3	1.00	0.70	1.30	0.85	0.75	0.96	0.45	0.43	0.15
4	0.67	0.30	2.53	1.53	2.80	3.34	2.38	4.87	3.15
5	2.22	0.00	2.27		0.10	0.17	1.03	1.37	

Tableau 1 : Z-scores moyens pour le 1^{er} cycle d'essais SAR

Le second cycle d'essais a été organisé en juillet 2001. Il accueillait deux laboratoires d'usine de Côte d'Ivoire et deux du Cameroun en plus des 5 précédents, amenant le nombre de participants à un total de 9 laboratoires.

Les problèmes rencontrés durant ce cycle furent de divers ordres : problèmes d'organisation, de matériel ou liés au logiciel qui était prévu initialement pour traiter cinq laboratoires seulement. Néanmoins, la mise en place de ces essais en étant au stade expérimental, les tâtonnements les plus gênants provinrent du manque de respect de délais préétablis à un stade ou à un autre.

Après une longue période d'activité, cinq laboratoires obtiennent des résultats satisfaisants pour la quasi-totalité des propriétés testées (labos 2, 4, 5, 6 et 9). Trois labos obtiennent des résultats douteux pour 2 ou 3 propriétés (labos 3, 7 and 8) et un laboratoire (labo 1) est hors-limites pour quatre propriétés (Tableau 2). Il semble que de nombreux laboratoires ont des difficultés à réaliser la détermination de la teneur en impuretés.

LABO	Impuretés	Cendres	Matière Volatile	N	P0	P30	PRI	Viscosité Mooney	Lovibond
1	11,90	5,65	2,49	3,23	0,35	0,25	0,42		0,00
2		0,28	0,52		0,70	0,10	3,17	0,77	0,00
3	2,30	0,89	1,13		0,55	0,65	0,40	4,33	1,50
4	0,50	0,27	2,10	0,57	0,70	0,49	0,30	0,13	0,00
5	3,85	0,67	1,41	0,38	0,58	0,32	1,83	1,76	0,83
6	0,90	0,63	0,80	0,86	0,23	0,04	0,25	0,45	1,20
7	5,10	0,87	2,15		0,30	0,08	1,17	3,67	
8	4,35	0,50	0,30	0,39	0,94	0,65	0,45	2,80	0,40
9	0,40	0,80	1,63	0,50	0,15	0,38	1,10	0,67	

Tableau 2 : Z-scores moyens pour le 2^{ème} cycle d'essais SAR

Conclusion

La réalisation des deux cycles du programme d'essais inter-laboratoires du réseau SAR a montré qu'il était possible d'organiser ce type de tests à l'échelle régionale. Ces essais ont montré leur capacité à mettre en évidence les dérives de certains laboratoires. Avec les résultats qui lui sont fournis, le responsable de laboratoire peut connaître les points faibles de son labo et il n'a plus qu'à prendre les mesures correctrices qui conviennent. Pour maintenir à long terme les laboratoires à un niveau satisfaisant, leur appartenance à un système d'essais inter-laboratoires apparaît donc essentielle.

Avec la fin du projet, la continuation du programme d'essais sous la même forme paraît aléatoire. Néanmoins, le travail fourni durant le projet demeure sous la forme de savoir-faire acquis, de procédures écrites et de logiciel de traitement des données dont de nombreux éléments sont réutilisables. La renaissance de ces essais sur l'initiative de tel ou tel CTL, avec moins d'échantillons pour faciliter la préparation et rendre les coûts d'expédition supportables, ne devrait pas être une tâche impossible dans le futur.

La méthode des tests d'aptitude par comparaison inter-laboratoires a prouvé dans de nombreux domaines sa capacité à améliorer de façon durable les compétences des laboratoires d'analyse. Il n'y a pas de raison pour que certains laboratoires ne puissent pas en profiter.

Macrostructure variability of TSR 10 natural rubber: Effect of maturation and storage *

E. Ehabe,¹ B. Nkouonkam ¹, J. Sainte-Beuve,² M. S. Gobina¹

¹ National Rubber Research Programme, IRAD Ekona Regional Centre, PMB 25 Buea, CAMEROON

² Programme Hévée, CIRAD-CP, 73 Rue J.-F. Bréton, 34398 Montpellier, FRANCE

CONTENT

1 - Abstract	2
2 - Introduction	2
3 - Experimental	4
3.1 - Materials	4
3.2 - Testing	5
4 - Results and discussion	5
4.1 - Effect of <i>Hevea</i> clone and cuplump maturation on bulk properties	5
4.2 - Effect of cuplump maturation on polyisoprene chain length	7
4.3 - Relationships between bulk properties and macromolecular chain length	10
5 - Conclusion	11
6 - References	11

* Part of these results have been published in : *Journal of Applied Polymer Science*, 83 (3), 703 - 708 (2002).

ABSTRACT

Physical properties of solid polymers depend largely on the length of the polymer chains, the degree of branching as well as the chemical composition of the whole. In the same manner, its processing behaviour will depend on the viscosity in the molten state. The case of Hevea natural rubber is rather different as its associative structure is made up of polyisoprene macromolecules of variable chain-length. Furthermore, certain popular treatments that the crop undergoes from the time the latex leaves the tree, could influence to different extents these properties. This could be the case for natural rubber in cuplump form. In this study, the effects of maturation and storage of naturally coagulated latex, on some bulk properties and parameters characterising macromolecular chain length were investigated. Sensitivity of clonal material to degradative effects of cuplump maturation increased with the level of tree energetic metabolism - rubber from the most metabolically active clone PB 235 being most sensitive, and vice-versa. For each clonal material, the effects of maturation and storage were not more evident on the bulk rheological properties than on the average molar masses or their distribution. Consequently, maturation did not influence the established relationship between bulk properties and molar mass characteristics. The use of bulk properties could not adequately discriminate our rubber and so could not conveniently describe its variability. Considering the visco-elastic nature of natural rubber, a test that discriminates between the elastic and viscous responses could be considered.

1 - INTRODUCTION

The physical properties of solid polymers depend largely on the length of the polymer chains, the degree of branching as well as the chemical composition of the whole [1,2]. In the same manner, the processing behaviour will depend on the viscosity in the molten state. In the case of natural rubber, these relationships are more complex. In effect, natural rubber from the *Hevea brasiliensis* possesses an associative macromolecular structure. This structure is progressively destroyed and at times, partially when the product is immersed in some organic solvents. In some cases, a portion of the rubber remains insoluble and this is termed the gel phase. The soluble phase comprises polyisoprene macromolecules and a variable quantity of micro-aggregates constituting the microgel.

The microstructure of natural rubber can be split into three components, notably, the macromolecular structure (characterised by molecular chain-length or average molar mass and the extent of branching along the chain), the microgel and the microgel.

The modernisation of the transformation (automation of the various stages involved in the transformation) of natural rubber into final products has obliged manufacturers to demand for products that exhibit a rigorous regularity in rheological behaviour. Indeed, a certain number of 'simple' specification tests have been adopted by the international market and all of these are governed by international norms such as the ISO 2000. The specification tests give a global idea of the bulk properties of the rubber and could be conveniently sub-divided into three large categories, which could be chemical, physical, or rheological.

- ❑ The chemical criterion concerns four parameters, notably, the ash content, the nitrogen content, the volatile matter content, and the colour index;
- ❑ Physical criterion concerns the dirt content, which quantifies extraneous contaminants in rubber after factory processing;
- ❑ Rheological criterion include the Wallace initial plasticity (PO), plasticity retention index (PRI) and Mooney viscosity. The Wallace plasticity characterises the aptitude of rubber to flow under heat and pressure and so gives some indication as to the quantity of energy required during factory mixing. At a molecular level, it expresses the conditions of storage and factory processing that could provoke degradation of rubber. The PRI accounts for the sensitivity of rubber to combined action of heat and oxygen and simulates degradation of rubber under controlled oxidation. This test is of prime importance especially in the case of cuplump rubber, which during exposure, could lose some of its natural protecting elements. Under severe drying conditions, such a rubber would have a low plasticity and this translates its sensitivity to thermal oxidation. The Mooney viscosity is defined as the opposition to a continuous shearing action created by a rotor in a chamber containing rubber. In the rubber industry, especially during mastication and mixing operations that favour macromolecular breakdown, this parameter could reflect the ease with which the rubber plasticises and with which other ingredients are incorporated in it.

However, according to the consumer industry, the bulk properties (Mooney viscosity and

Wallace plasticity, and plasticity retention index) that are supposed to describe flow behaviour, do not always provide sufficient reproducibility in rheological behaviour during ultimate transformation of the rubber [3].

Freshly coagulated Hevea rubber is of variable size and molecular structural arrangements with respect to origin of vegetative materials (clones), crop collection methods, and methods of processing [4]. The fresh latex is normally subjected to several treatments before the crop is marketable. Conventionally, rubber is rapidly coagulated from latex and subjected to operations that eliminate most of the serum and non-rubber constituents. The crumb is appropriately dried, with the product constituting premium technically specified and conventional sheet grades. A more adopted practice today is that of coagulating the rubber naturally, in cups, collecting at variable frequencies, and storing for extended periods before factory processing. The rubber in granular form obtained from such coagula after appropriate treatment and drying constitutes a secondary grade product. This technique is associated with extensive cost savings, and this has increased its popularity considerably. Unfortunately, most recorded complains on variable processing behaviour are attributed to this rubber. This study reports some investigations on the influence of extended cuplump maturation and storage before processing on the bulk properties of natural rubber, and examines the influence of the former (maturation) on the relationship between the bulk properties and the average molar mass of the polyisoprene chains.

2 - EXPERIMENTAL

2.1 - Materials

Cuplumps were collected and pooled from trees of three reference *Hevea brasiliensis* clones: clones PB 235, GT 1 PB 217 respectively of high, intermediate and slow metabolic activity [5]. The trees had the same panel history and were in regular 1/25 d/4 tapping.

Latex from the first tapping of each month was subjected to various durations of maturation and storage before processing: (a) - For the first treatment depicting typical industrial practice, cuplumps were matured in cups for 3 days and under shade for a further 15 days (18 days in all); (b) - The second treatment consisted of 3 days of cup maturation followed by 3 days on field barns, and a further 15 days in factory (21 days in all); (c) - The third treatment, a simulation of smallholders' practice, involved cup maturation for 3 days, 27 days on barns and 15 days in factory (45 days in all).

All cuplumps were then granulated, washed and dried in an industrial drier using the same processing conditions, to avoid between-batch variations. Other variations observed were therefore attributed to clonal material and extent of maturation. Test portions were cut and homogenised according to the ISO 1795 standard.

2.2 - Testing

The bulk viscosity was measured on a Mooney shearing viscometer (Model MK IV, Negretti Automation, UK). The initial Wallace plasticity number (P_0) and the plasticity retention index (PRI) were determined as per ISO 2007 and ISO 2930 norms, respectively.

Average molar masses were measured by steric exclusion chromatography using cyclohexane as eluent. Solutions were centrifuged at 35,000 *g* for 1 hr to precipitate the insoluble macrogel. The sol fractions were diluted to 0.2 mg/ml, filtered through a 1 μ m filter before injection of 100 μ l into the chromatograph [6].

3 - RESULTS AND DISCUSSION

3.1 - Effect of *Hevea* clone and cuplump maturation on bulk properties

Maturation had significant effects on the evolution in bulk properties, showing differences between maturation for 18 days from 45 days. It also showed some clonal-specific behaviour differentiating between clone PB 217 of slow metabolic activity, from the others (*cf.* **Figure 1**).

The bulk properties (P_0 and ML) of clone PB 235 rubber decreased on maturation from 18 to 21 days while those of clone GT 1 rubber were less sensitive and only reduced in a significant manner after 45 days (**Figure 1-A and 1-B**). Clone PB 217 rubber remained unaltered even after prolonged 45 days' maturation. The PRI decreased progressively with maturation of clone PB 235 rubber but remained almost constant throughout for the others (**Figure 1-C**). The reduced viscosity favours competing reactions of peroxy radicals, and oxidation rates too [7]. The molecular chain breakdown and decrease in viscosity following maturation and storage could be attributed to the difference in antioxidant composition and initial chain length of the variously synthesised polyisoprene chains. The change in serum activity during maturation could equally trigger selective activation of antioxidants from their less reactive forms.

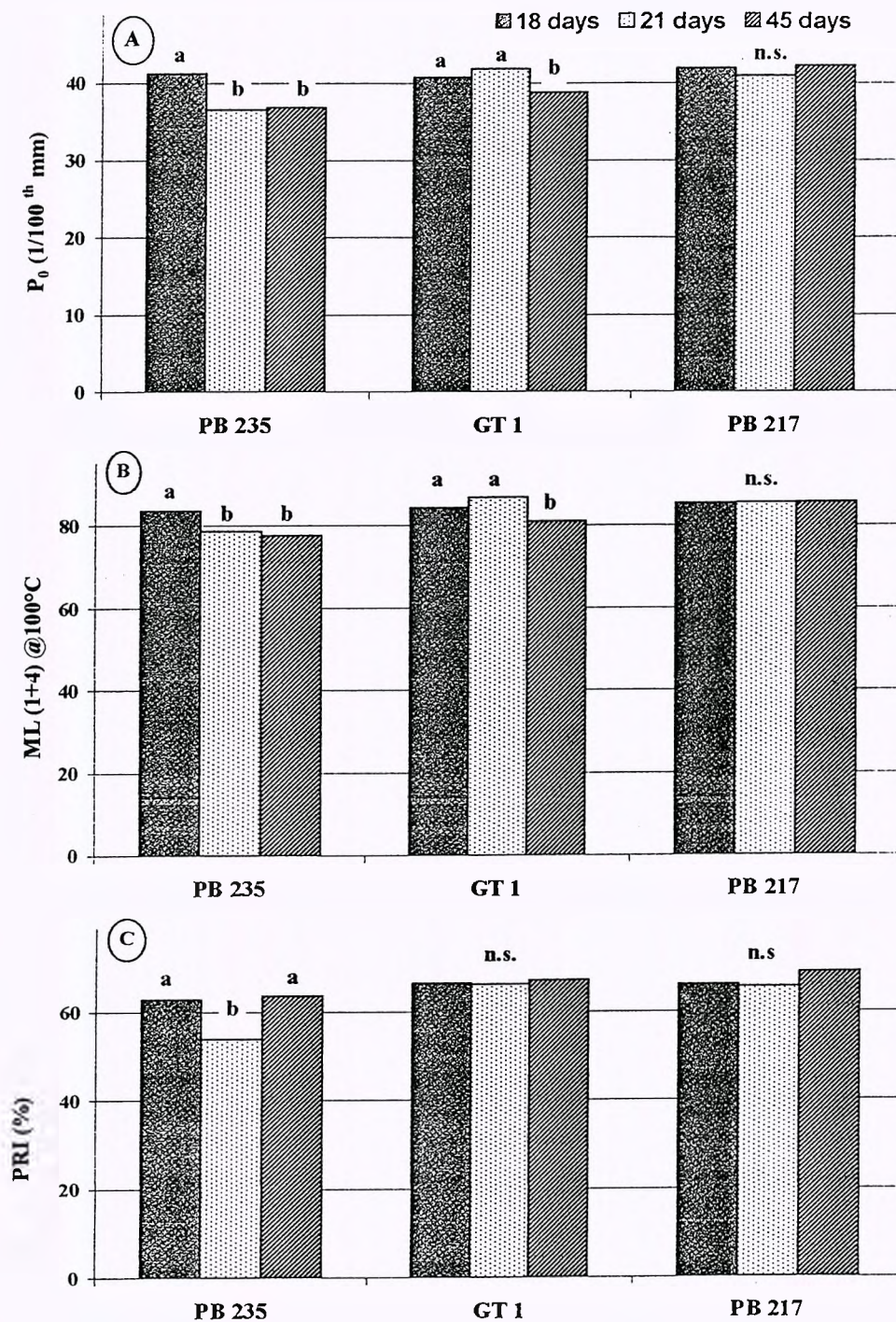


Figure 1. Effect of clonal typology and cuplump maturation on: (A) - Initial plasticity number; (B) - Mooney viscosity, ML (1+4)@100°C; and (C) - Plasticity retention index of raw processed natural rubber.

Clonal treatments bearing the same letter (a, b, ...) were not different ($P = 5\%$).

3.2 - Effect of cuplump maturation on polyisoprene chain length

The number-average (\overline{M}_n) and weight-average molar masses (\overline{M}_w) of rubber from clones GT 1 and PB 217 were not affected by 45 days of cuplump maturation and storage (Figure 2-A and 2-B). On the other hand, these parameters decreased with maturation of clone PB 235 rubber. There is little in the literature relating antioxidant activity and *Hevea* metabolism. The reduction in molar mass of clone PB 235 rubber indicated the predominance of chain scission reactions over crosslinking on prolonged rubber maturation. The reason for this clonal characteristic is not clear. It is likely that fast polyisoprene synthesis could have an adverse influence on the content in natural antioxidants. This needs verification.

The breadth of the molar mass distribution (polydispersity index), was always highest for clone GT 1 (Figure 2-C). This parameter reduced for all the clones on maturation from 18 to 21 days and increased with further maturation to 45 days.

The molar mass distributions for clones PB 235 and PB 217 rubber, remained unchanged after 21 days of maturation (Figure 3-A and 3-C). After 45 days, however, the intensity of the very long chains decreased producing shorter ones. The molar mass distribution of clone GT 1 was different from that of the other clones as significant reduction in the intensity of the very long chains was observed earlier, just after 21 days of maturation and storage (Figure 3-C).

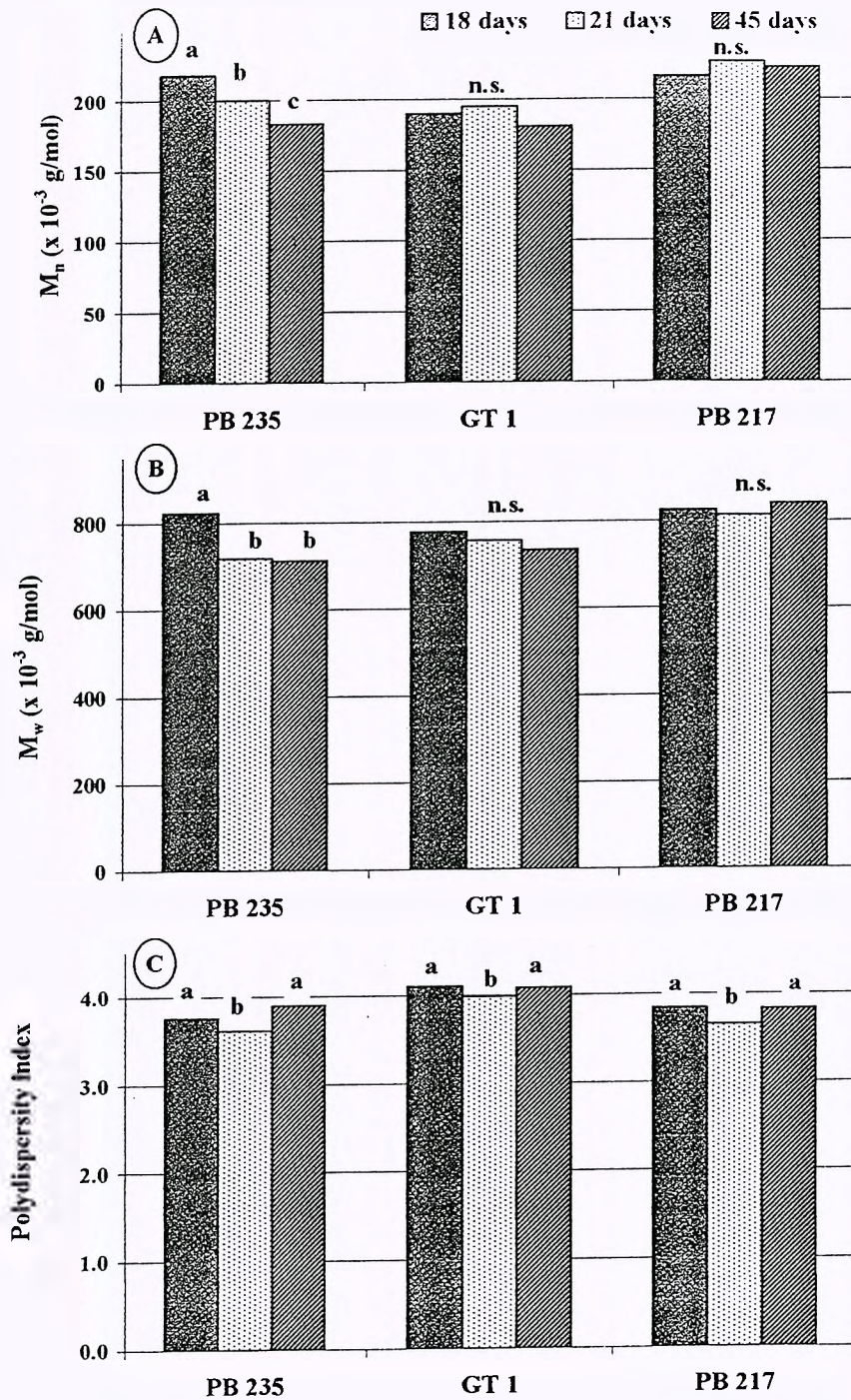


Figure 2. Effect of clonal typology and cuplump maturation on the: (A) - M_n ; (B) - M_w ; and (C) - Polydispersity index of raw natural rubber.

Clonal treatments bearing the same letter (a, b, ...) were not different ($P = 5\%$).

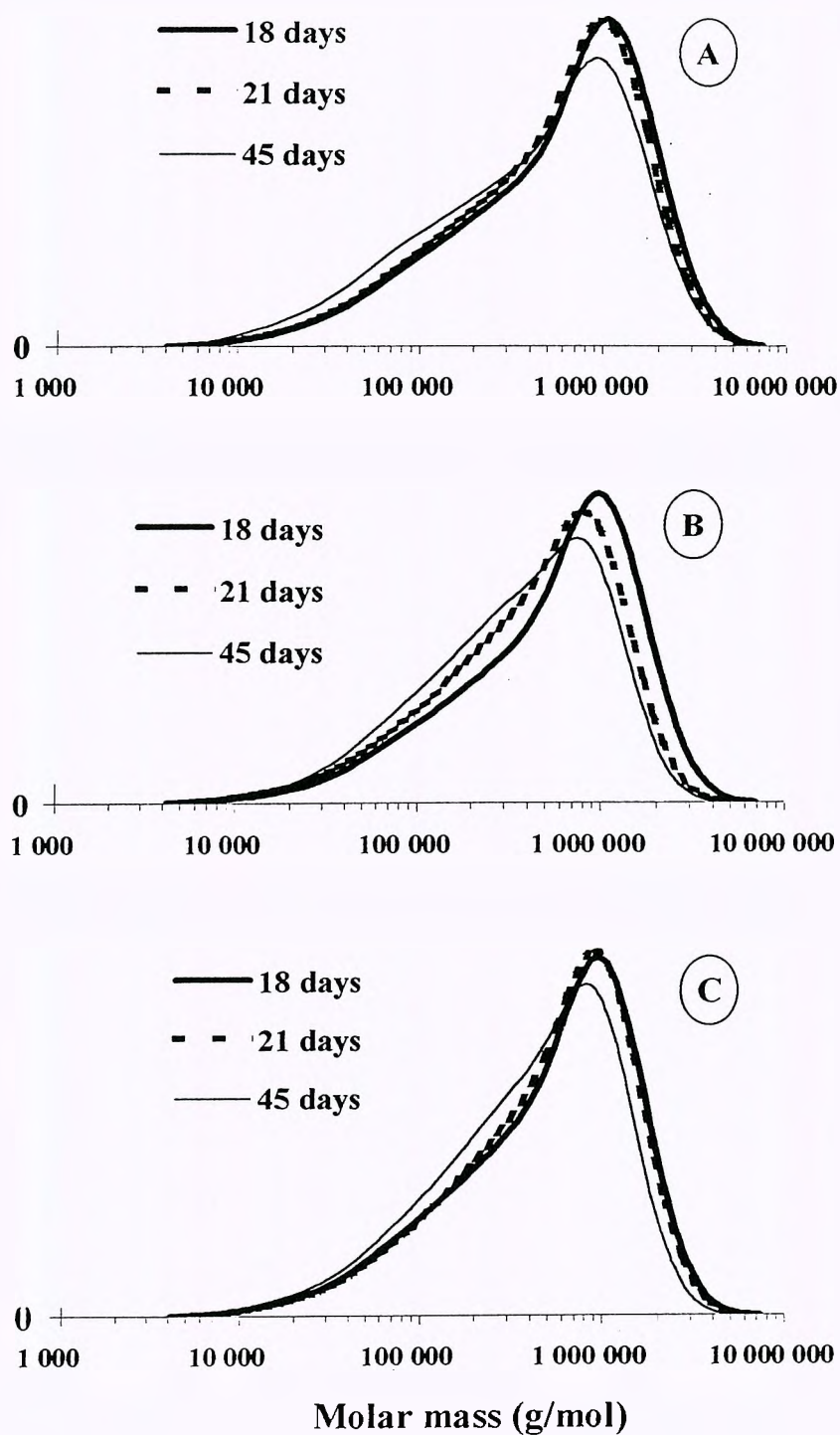


Figure 3. Effect of clonal typology and cuplump maturation on molar mass distribution of raw processed natural rubber from : (A) - Clone PB 235; (B) - Clone GT 1; and (C) - Clone PB 217.

3.3 - Relationships between bulk properties and macromolecular chain length

Considering the interactions between clonal origin of rubber and cuplump maturation on the rubber chain lengths, Pearson correlation coefficients were determined between bulk properties and molecular parameters, at the different extents of maturation (Table 1).

The bulk rheological properties (like P_0 and ML) and molar mass remained positively correlated for the 3 clones, irrespective of the extent of maturation, confirming in part, earlier reports on unaged styrene butadiene rubber [8] and unaged natural rubber [9]. However, with respect to the number-average molar mass, the P_0 versus \overline{M}_n and ML versus \overline{M}_n correlations were slightly different. The more metabolically active clone (PB 235) was sensitive to maturation effects while rubbers from the less active GT1 and PB 217 clones were not sensitive. The coefficients characterising the relationship between PRI and \overline{M}_w or \overline{M}_n were negative or non significant for clone PB 235 rubber, but positive for the others, confirming further that the latter clones would contain more natural antioxidants.

Table 1 - Effect of extent of maturation on Pearson correlation coefficients between bulk rheological properties and molecular chain-length parameters for raw processed TSR 10.

Clones	Chain-length	P_0 (1/100 th mm)			PRI (%)		
		T_1	T_2	T_3	T_1	T_2	T_3
PB 235	\overline{M}_w	++	+	+	O	O	O
	$\overline{M}_w / \overline{M}_n$	++	O	O	++	++	O
GT 1	\overline{M}_w	+	+	+	++	+	+
	$\overline{M}_w / \overline{M}_n$	O	O	++	O	+	O
PB 217	\overline{M}_w	++	+	++	+	+	++
	$\overline{M}_w / \overline{M}_n$	++	+	+	O	++	O

T_1 , T_2 and T_3 represent respectively maturation and storage for 18, 21 and 45 days. The double symbols ++ and – respectively represent highly significant positive and negative correlations ($P \leq 1\%$). The single symbols + and - respectively represent significant positive and significant negative and no significant correlations ($P \leq 5\%$), while the symbol O indicates no significant correlation.

4 - CONCLUSION

This study highlights the effects of some exploitation practices related to the collection of raw natural rubber, notably the natural coagulation of latex and eventual storage of cuplumps, could bear on the molecular structure and rheological behaviour of the processed raw rubber. The results indicate that :

- Depending on the metabolic activity of the biological source (*Hevea* tree), natural rubber could be more or less predisposed to degradation following maturation and storage of cuplumps before processing. The less metabolically active the *Hevea* clone (such as PB 217) the more stable is the molecular structure of its rubber and vice versa.
- The modifying effects of maturation did not alter the rather linear relationship between bulk viscosity and length of polyisoprene chains.
- Study on the bulk properties did not seem to allow for sufficient discrimination and eventual elucidation of the influence of maturation. Natural rubber being a viscoelastic material, it is likely that a test that discriminates between the elastic and viscous responses of the material would provide a more efficient tool for characterising the rheology of our polymer.

5 - REFERENCES

- [1]. Nair S. (1970). Dependence of bulk viscosities (Mooney and Wallace) on molecular parameters of natural rubber. *Journal of the rubber research institute of Malaysia*, 23, 76 - 83.
- [2]. Van de Sype, H. *Rev Gen Caout Plast* 1985, 655, 91.
- [3]. Leblanc J.-L. (1980). Stress relaxation related to rubber processability. *European Rubber Journal*, 162, 20-24.
- [4]. Hanower P., Chrestin H., Michel P., Mouton G., Roudeix H. and Livonnière H. d. (1980). Influence des conditions climatiques et d'exploitation sur le PRI du caoutchouc naturel récolté par saignées cumulées. *Revue Générale des Caoutchoucs et Plastiques*, 57, 85 - 90.
- [5]. Jacob J.-L., d'Auzac J., Prévôt J.-C. and Sérrier J.-B. (1995). Une usine à caoutchouc naturel: L' *Hévéa*. *La Recherche*, 276, 538 - 545.
- [6]. Bonfils F., Koman A. A., Sainte-Beuve J., Sylla S., Allet Don A. and Laigneau J.-C. (1995). Size exclusion chromatography study of natural rubber films prepared from fresh field latex. *Journal of Natural Rubber Research*, 10, 143 - 153.
- [7]. Norling P. M. and Tobolsky A. V. (1970). In: Thermal stability of polymers (R. T. Conley, ed.), Marcel Dekker Publishers, New York, Publishers: New York, 1970.
- [8]. Kramer O. and Good W. R. (1972). Correlating Mooney viscosity to average molecular weight. *Journal of Applied Polymer Science*, 16, 2677 - 2684.
- [9]. Bonfils F., Flori A. and Sainte-Beuve J. (1999). Relations between Wallace plasticity and M_w for natural rubber. *Journal of Applied Polymer Science*, 74, 3078 - 3087.

Processing Characteristics and Physico-Mechanical Properties of Thioglycollic acid Modified Epoxidised Low Molecular Weight Natural Rubber and Its Blends with Natural Rubber.

F. E. Okieimen¹, A. K. Akinlabi^{2*}, A. I. Aigbodion² and I.O. Bakare²

¹University of Benin, Department of Chemistry, Benin City, Nigeria.

²Rubber Research Institute of Nigeria, P. M. B. 1049, Benin –City, Nigeria.

Abstract

Low molecular weight natural rubber (LMWNR) obtained by depolymerization of natural rubber latex (NRL) was modified by epoxidation to 35% epoxide level to yield epoxidised low molecular weight natural rubber (ELMWNR). This product was in turn modified in solution of thioglycollic acid (TGA) (0.5 mol phr) to yield a product of 20% conversion of its initial LMWNR epoxide. The epoxidized low molecular weight natural rubber- thioglycollic acid adduct (ELMWNR-TGA) obtained was blended with NR in various proportions. The processing behavior and cure characteristics of the vulcanizates of the blends were carried out with Mooney viscometer and Oscillating Disc Rheometer. The physico-mechanical properties of the vulcanizates were measured. The tensile strength, crosslink densities, mooney viscosity, scorch time, hardness, and abrasion resistance decrease as the ELMWNR-TGA concentration of the mix increases. However, vulcanizates with higher concentrations of ELMWNR-TGA show better resistance to swelling in methanol and mineral oils. Properties of the vulcanizates containing 5-15phr of ELMWNR-TGA are similar to those of NR but they have better solvent resistance.

Keywords: Low molecular weight natural rubber; Epoxidation; Thioglycollic acid modification; Physico-mechanical properties.

Introduction

Low molecular weight natural rubber (LMWNR) constitutes a new family of polymers chemically derived from natural rubber by depolymerization of natural rubber latex (NRL) with either nitrobenzene or phenyl hydrazine¹⁻⁵. The LMWNR has been found to have similar properties with natural rubber e.g. affinity for ingredients during compounding, chemical behaviour and service life performance^{1,6}.

The presence of double bonds in the structure of NR and some hydrocarbons accounts for why they readily undergo epoxidation reactions⁷. The presence of epoxide units renders the macromolecule chemically modifiable thereby making them suitable for various novel applications⁷⁻⁹. Epoxidised materials have been found to have high Tg value, low resilience, high oil resistance and high viscosity compared to unepoxidised materials^{10,11}.

*Corresponding author.

E-mail address: akakinlabi@yahoo.com

The modification of LMWNR and ELMWNR by treatment with thioglycollic acid is a new procedure. Information about the vulcanizate properties of LWMNR-TGA and ELMWNR-TGA and their blends with natural rubber are scanty. However, treatment of natural rubber in solution or in latex form with thioglycollic acid (TGA) or ethyl thioglycollate to yield addition products has long been reported¹²⁻¹⁵.

This paper reports on the determination of physico-mechanical properties of TGA- modified epoxidised low molecular weight natural rubber (ELMWNR-TGA) vulcanizate as well as those of its blends with natural rubber.

Experimental

Material

Natural rubber latex (NRL) was obtained from the NIG 805 clone of Rubber Research Institute of Nigeria and preserved with 0.3% ammonia (5% v/v). The latex has total solid content (TSC) of 41.0% and dry rubber content (DRC) of 38.5%. The reagents used in the preparation and characterization of ELMWNR were of analytical grade obtained from BDH limited, while the rubber compounding chemicals were of the commercial grade.

Methods

Production of low molecular weight natural rubber.

The Low molecular weight natural rubber used was prepared by depolymerization of natural rubber latex with nitrobenzene. The detailed experimental procedure was as given in previous communications². The extent of depolymerization of the rubber sample used in this study was determined by dilute solution viscosity measurement.

Epoxidation of the LMWNR.

Epoxidation of the LMWNR was carried out at temperature of about 5°C by performic acid generated *in situ* from the reaction between formic acid and 30% hydrogen peroxide^{7,10,15,18}. During the epoxidation reaction, the acid was slowly added to the stirred LMWNR solution containing 10g of LMWNR in chloroform (100ml) for 30min. The peroxide (135 mol per 100 isoprene units) was introduced drop wise over a period of 30min. The reaction was allowed to proceed for various periods of time. The reaction mixture was washed with water and soaked in aqueous solution of 0.1M Na₂CO₃ for a period of about 14hrs. The modified NR was washed with distilled water and dried in an air-circulating oven at 55°C for 4hrs.

Reaction of the epoxidised low molecular weight natural rubber with thioglycollic acid¹⁵.

Thioglycollic acid (0.12mol litre⁻¹ of solvent) was added to the freshly prepared ELWMNR (15.7mol- % epoxide content) solution at room temperature over 1hr with occasional stirring. The reaction was allowed to proceed for further 17hrs. At the end of this period, the modified material (ELWMNR-TGA adduct) was dried in air for a period of 24hrs. The unreacted epoxy groups were estimated by taking the difference between the % epoxide level of the ELMWNR before and after the reaction.

Compounding of the mixes:

The ingredients shown in Table 1 were mixed using a laboratory two-roll mill. The sulphur was added after cooling the rubber to prevent scorching. Nine different mixes (A – I) of ELMWNR-TGA and NR containing between 0wt.% and 50wt.% of ELMWNR-TGA was prepared and vulcanised at 150°C for 20 minutes using moulds of different sizes and shapes¹⁹.

Processing and Cure Characteristics.

The cure characteristics of the mixes were measured at 160°C using an oscillating disk rheometer (ALPHA ODR 2000) following ISO 3417 method. The mooney viscosity of the sample was determined by shearing disc viscometer according to ISO 289^{20,21}. The results are expressed in terms of ML at 100°C (1 + 4).

Mechanical properties.

The test specimens were moulded in an electrically heated hydraulic press (TECHNO LOIRE) at 150°C for 20min. Tensile properties of the vulcanisates were measured with a Mosanto Tensile Tester model (1/M) at a crosshead speed of 500mm/min using a dumbbell test specimen (type II) as contained in ASTM D-412-87 (Method A).

Crosslinking density.

The chemical crosslinking density of the vulcanisate was determined by following the procedure of equilibrium swelling in toluene²²⁻²⁴ and calculated using the Flory-Rhener equation²²

$$\ln(1 - V_2) + V_2 + \chi V_2^2 + \rho V_1 V_2^{1/3} / Mc = 0 \quad (1)$$

where ρ is the density of the rubber hydrocarbon, V_1 , is the molar volume of the solvent, V_2 , is the volume fraction of rubber in the swollen sample, Mc , is the molecular weight between crosslinking and is related to the shear modulus (G) by the following expression^{10,19}:

$$G = \rho RT / Mc \quad (2)$$

and χ , is the polar – solvent interaction parameter given as¹⁹

$$\chi = 0.44 + 0.18V_2 \quad (3)$$

Swelling tests².

The rates at which the mixes swell in solvents such as acetone, methanol and mineral oil were determined. Three different shapes (Triangle, Square and Rhombus) were cut from each of the test samples and their weights recorded. The test pieces were subjected to extraction for about 2hr to remove any unwanted substance and changes in the weights were recorded. The samples were thereafter dried in a vacuum chamber and re-weighed before swelling test in different solvents was carried out at 25°C for about 6h^{2,19}. At the end of the swelling, the samples were further re-dried in a vacuum chamber and weighed. The drying was continued until the difference in weight between two successive readings was less than 0.03

Results and discussions

The physico-mechanical properties obtained are shown in Tables 2 – 6. It was observed in Table 4 that increase in ELMWNR-TGA content decreases the tensile strength of NR. The tensile values range from 14.4 MPa for 0% ELMWNR-TGA to 9.1 MPa for 50% ELMWNR-TGA. It was expected that the presence of sulphur in ELMWNR-TGA will increase the tensile strength of vulcanisates (since sulphur enhances crosslinking)^{1,2} but this was not the case possibly due to the acid present in the TGA, which might have militated against the extent of crosslinking in the system by forming weaker bonds, resulting from the weak power of the acid. The weak power of the acid could also lower the tensile strength of vulcanisates with higher ELMWNR-TGA concentration¹. The values of modulus at 50 and 100% elongation i.e. M50 and M100, increase with increase in percent ELMWNR-TGA modification, showing an indication that at the onset of the stress-strain curve, greater force was required to elongate the blend of natural rubber and the thioglycollic acid modified epoxidized low molecular weight natural rubber. However, the results of the M300 and elongation at break clearly depict the softening and flexibility effect of ELMWNR-TGA on NR. The M300 result showed mixes with lower concentration of ELMWNR-TGA requiring greater forces for 300% elongation, while blends with higher concentration of ELMWNR-TGA were found having the highest elongation at break with lower force. It can be deduced from this elongation result that ELMWNR-TGA acted as a ductile material. It is worth mentioning that during compounding, the mixes with high concentration of ELMWNR-TGA proved very difficult to handle in the mill, as they stuck to the rollers thereby reducing the temperature of the mill. This was not unexpected because the starting material (low molecular weight natural rubber) used in the preparation of the thioglycollic acid modified epoxidized low molecular weight natural rubber showed a similar behavior during the milling of the low molecular weight natural rubber^{2,7,19}.

The vulcanizate properties in terms of the shear modulus (G), volume fraction of the rubber (V_2), crosslink densities (ρ/M_c) and molecular mass between crosslinking (M_c) were as shown in Table 3. It was observed that as the ELMWNR-TGA concentration increases, the M_c increases and shear modulus (G), the crosslinking densities and V_2 decrease. The results in Table 3 shows that the crosslinking densities vary from 1.6×10^{-4} for 0% and 5% ELMWNR-TGA to 1.2×10^{-4} for 40% and 50% ELMWNR-TGA; while V_2 varies from 0.8 for 0%, 5%, 10% & 15% ELMWNR-TGA to 0.6 for 40% and 50% ELMWNR-TGA. A well crosslinked polymer should contain at least two crosslinks per chain joining it to other chains to form a two or three-dimensional molecular network as a result of the interaction between the chains and junction unit via a covalent bond.

The molecular mass between crosslinking varies from 5.5 for 0% and 5% ELMWNR-TGA to 6.2 for 40% and 50% ELMWNR-TGA and the shear modulus varies from 0.426 for 0% ELMWNR-TGA to 0.385 for 50% ELMWNR-TGA. The higher molecular mass between crosslinking that was observed in the results of vulcanisates with higher ELMWNR-TGA concentration could have resulted from the additional mass being contributed by the high empirical mass of the thioglycollic acid structure. In addition, considering the facts that all the vulcanisates were compounded in the same way using same vulcanization method, the peculiarity of lower values observed in the mechanical properties of vulcanisates with high ELMWNR-TGA concentrations indicates that any

product(s) that might be derived from high concentration of ELMWNR-TGA formulated materials might likely have short service life during usage. The volume fraction of rubber in the swollen gel (V_2) observed in all the vulcanizates seems to largely depend on the swelling power of the solvent used and of the crosslinking density of the polymer (see Table 3). Higher volume fraction values mean higher crosslinking density, which results in less swelling. Considering the volume fraction of the vulcanizates, it was noticed that volume fraction decreases with increasing in concentration of ELMWNR-TGA content, which shows that ELMWNR-TGA may not probably participate fully in the crosslinking. This result is also consistent with the rheometric analysis (see Table 2). The decreasing value of V_2 shows that ELMWNR-TGA phase presents a lower crosslinking resulting from the polymer-filler interaction and polymer-solvent interaction, coupled with the weak bond formed by the acid present in TGA. This also might likely account for the variations in the molecular mass between crosslinking (M_c).

The physical properties of the mixes were presented in Table 6. The mixes with higher concentration of ELMWNR-TGA exhibited lower hardness and abrasion resistance. The hardness showed a 19% reduction while the abrasion showed an 18% reduction when compared the results of the blends with 100%NR and 50%NR. The observed differences in values could partly resulted from the reduction of the reinforcing characteristics of the ELMWNR-TGA materials as a result of the presence of acid which could form weak bond within the network structure of the polymer blends (NR and ELMWNR-TGA vulcanisate).

The results in Table 2 showed the cure behaviour and extent of vulcanization as measured by the maximum torque, mooney scorch and cure times. The vulcanizates with lower concentration of ELMWNR-TGA seems to have better processing characteristics. The high values of Mooney scorch and torque observed at full cure for vulcanizates with lower concentration of ELMWNR-TGA suggests that such vulcanizates will definitely take longer time to scorch during vulcanization. Differences in chemical and / or physical characteristics of the mixes could be responsible for this observed trend. Acidic materials had earlier being implicated for why vulcanizates with high percentage of ELMWNR-TGA have poorer cure rate and lower physico-mechanical properties compared to vulcanizates with lower percentage of ELMWNR-TGA or even vulcanizates without ELMWNR-TGA (0% ELMWNR-TGA) ¹³.

Table 5 showed the resistance of the vulcanizates in different solvents. The behaviour of the vulcanisates with higher percentage of ELMWNR-TGA in mineral oil was impressing. Ideally vulcanizates with higher concentration of ELMWNR-TGA were expected to swell more in hydrocarbon (nonpolar) solvents, due to lower crosslinking. However, it was noticed that the vulcanizates with higher percentage of ELMWNR-TGA swell less in mineral oil, which might be as a result of the polarity of the ELMWNR-TGA arising from the hydroxyl and carbonyl groups present. The higher the concentration of ELMWNR-TGA, the better was the resistance of the material in mineral oil. The carbonyl group present in acetone would have facilitated the swelling rate more than the hydroxyl group in methanol and thereby accounting for the higher swelling results obtained for acetone. In addition to this, rubber blends with higher molecular mass between crosslinking (M_c) were found showing more resistance to swelling.

Conclusion

Samples with high concentration of ELMWNR-TGA exhibited lower tensile strength and high elongation at break values, but better resistance to some solvent and mineral oil as a result of weaker bond in the polymer network structure of samples with high percentage of ELMWNR-TGA. The physico-mechanical results showed that if lower concentration (5 – 15Phr) of ELMWNR-TGA adduct was blended with NR, there will be a product of good physico-mechanical properties with an advantage of high resistance to solvents. In addition the cure time will be reduced and scorch time higher, thereby gaining advantage of processing and cure behaviour.

Acknowledgement

The authors wish to express their gratitude to the CFC, ANRA and UNOPS for strengthening the facilities in the Central Testing Laboratories of Rubber Research Institute of Nigeria and also to Dr. Mustapha M. Nadoma, Director, Rubber Research Institute of Nigeria for putting at our disposal their laboratory facilities for this work.

References

- [1] Development of the applications of liquid natural rubber (UNIDO – project) final report (1989).
- [2] Okieimen FE, Akinlabi AK. *J. Appl. Polym sci* **85**, 1070 (2002).
- [3] Pautrat R. *Caoutchoucs & plastiques.* **38**. (1980)
- [4] Brosse JC. Production of liquid natural rubber, Paper presented at the Faculte des Sciences-Universite du Maine- le Mans, France (1989).
- [5] Azeddine Elhamdaoui. Degradation du Caoutchouc par Oxydation Controlee: La These Presentee a L' Universite du maine pour obtenir le titre de Docteur. (1991).
- [6] Meeker T. *Rubb Tech Int* **45**: (1999).
- [7] Okieimen FE, Akinlabi AK, Aigbodion AI, Bakare IO, Oladoja NA. *Niger J Polym Tech* (in press).
- [8] Darey JE, Loadman MJR. *Brit Polym J* **16** :134. (1984);
- [9] Aigbodion AI, Bakare IO, Okieimen FE, Akinlabi AK. *Indian J Chem Tech* **8**: (2001)
- [10] Aigbodion AI, Menon ARR, Pillai CKS. *J Appl Polym Sci*; **77**, 1413. (2000)
- [11] Menon, ARR, Pillai, CKS, Nando, GB *J Appl Polym Sci*; **51**: 2157. (1984)
- [12] Cunneen JI, Moore SG, Shepherd BR. *J Appl Polym Sci*; **3**(7): 11. (1960)
- [13] Orszulik ST. *Tetrahedron lett*: **27** (32): 3781.(1986)
- [14] Okieimen FE, Akinlabi AK, Aigbodion AI, Bakare IO. *Niger J Appl Sci*; **19**: 65.(2001)
- [15] Okwu UN, Okieimen FE. *Eur Polym J* : **37** 2253. (2001)
- [16] Carole Challioui-Gillet. Degradation du Caoutchouc naturel en phase latex paroxydation controlee. Thesis presentee a L'Universite du Mane le mans pour obtenir le titre de Docteur (1994).
- [17] Tongxian M. Some views on the development of liquid natural rubber in China. Presented at the South China Academy of Tropical Crops (SCATC). (1989).
- [18] Urhoghide IN. Studies in the chemical modification of natural rubber. PhD Thesis, University of Benin, Benin City, (1995).
- [19] Akinlabi AK, Farid AF, Fasina AB, Okieimen FE. *Niger J Appl Sci*; **18**: 63. (2000)
- [20] Professional Association of Natural Rubber in Africa. Standard African Rubber SAR manual N° 2, Specification and Test Methods (1998).
- [21] Lavanga KL. *Rubb Tech Int*. **84**. (1999)
- [22] Flory PJ, Rhener J. *J Chem Phys*; **11**: 521. (1943)
- [23] Nando GB, De SK. *Kaunts Gummi Kunsts*; **11**: 92. (1980)
- [24] Saville B, Watson AA. *Rubb Chem Technol*; **40**: 100. (1967)
- [25] Kraus G. *J Polym Sci*; **7**: 861. (1963)

Table 1: Recipe for the blends of NR with ELMWNR-TGA adduct.

Compound component (phr)	Samples								
	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Natural rubber	100	95	90	85	80	75	70	60	50
ELMWNR-TGA(20%)	0	5	10	15	20	25	30	40	50
Carbon black (HAF)	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Zinc oxide (ZnO)	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Sulphur	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
Stearic acid	2	2	2	2	2	2	2	2	2
MBT	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Flectol H	2	2	2	2	2	2	2	2	2

Flectol H- Polymerized 1,2 dihydro-2,2,4-trimethyl quinolene.

Table 2: Effect of the ELMWNR-TGA on processing and cure behaviour of blends of NR with ELMWNR-TGA.

% of ELMWNR-TGA in blends	Mooney Viscosity ML@100°C(1+4)	Mooney scorch @100°C (min)	Cure time (min)	Torque at full cure (Kg.cm)
0	82	14.1	17.3	38.4
5	81	13.5	16.2	37.0
10	80	13.2	15.3	37.3
15	77	13.0	15.0	36.9
20	74	12.9	14.5	36.5
25	72	12.0	14.2	36.7
30	70	11.3	15.4	31.4
40	65	10.2	15.9	28.6
50	62	9.3	16.4	28.3

Table 3: Effect of the ELMWNR-TGA on initial crosslinking properties of blends of NR with ELMWNR-TGA.

% of ELMWNR-TGA in blends	Shear modulus (G) (MN / m ²)	Crosslinking densities (ρ / Mc) x 10 ⁻⁴	Molecular mass between crosslinking (Mc)	Volume fraction (V2)
0	0.426	1.6	5.5	0.8
5	0.423	1.6	5.5	0.8
10	0.423	1.5	5.7	0.8
15	0.420	1.4	5.8	0.8
20	0.418	1.4	5.9	0.7
25	0.414	1.3	6.0	0.7
30	0.412	1.3	6.0	0.7
40	0.399	1.2	6.2	0.6
50	0.385	1.2	6.2	0.6

Table 4: Effect of the ELMWNR-TGA on mechanical properties of blends of NR with ELMWNR-TGA.

% of ELMWNR-TGA in blends	Tensile strength (MPa)	Modulus @50% elongation (MPa)	Modulus @100% elongation (Mpa)	Modulus @ 300% elongation (Mpa)	Elongation @break (%)
0	14.4	2.0	5.4	7.6	880
5	14.2	2.2	5.4	7.6	888
10	14.0	2.5	5.9	7.4	899
15	13.3	2.6	6.2	7.3	902
20	13.0	2.9	6.7	7.0	915
25	12.2	2.9	6.7	7.0	927
30	11.4	3.4	6.9	7.2	939
40	10.0	3.9	6.9	7.2	941
50	9.1	3.9	7.0	7.2	948

Table 5: Resistance of vulcanizates from blends of NR with ELMWNR-TGA in solvents.

% of ELMWNR-TGA in blends	Acetone (%)	Methanol (%)	Mineral oil (%)
0	810	394	179
5	790	357	171
10	782	369	160
15	780	348	148
20	779	340	140
25	772	336	134
30	770	323	122
40	784	315	115
50	788	311	110

Table 6: Effect of the ELMWNR-TGA on physical properties of blends of NR with ELMWNR-TGA.

% of ELMWNR-TGA in blends	Hardness (IRHD)	Compression set (%)	Abrasion resistance (%)
0	58	42	61
5	56	43	60
10	55	43	58
15	52	43	57
20	50	44	57
25	50	44	55
30	49	44	53
40	47	44	52
50	47	44	50

Bilan, synthèse et nouvelles approches pour évaluer la qualité SAR

I.Introduction

Le caoutchouc naturel a des propriétés spécifiques recherchées par les fabricants de pneumatiques comme son faible échauffement interne, des caractéristiques dynamométriques élevées et un prix compétitif. Malgré ces avantages, le caoutchouc naturel est de plus en plus concurrencé par les élastomères synthétiques. Les manufacturiers reprochent au caoutchouc naturel sa trop grande variabilité. Cela se traduit chez l'utilisateur par des coûts additionnels sur des lignes de production de plus en plus automatisées, souvent mieux adaptées à l'utilisation des élastomères synthétiques. Il est donc important de chercher à mesurer et à déterminer l'origine de la variabilité du caoutchouc naturel. Cette situation est encore plus vraie pour le caoutchouc naturel africain (SAR). Une enquête auprès des grands importateurs a mis à jour une plus grande variabilité du caoutchouc naturel africain par rapport à son homologue asiatique. C'est pour remédier à cette situation qui pénalise le caoutchouc naturel africain que deux études sur la variabilité du caoutchouc africain ont été entreprises dans le cadre du projet sur la variabilité du caoutchouc naturel africain, ou projet CFC/ACNA/UNOPS.

Cette présentation est un rappel des protocoles expérimentaux mis en place et résume les résultats trouvés sur l'évaluation et la détermination à l'origine de la variabilité du caoutchouc naturel africain, produit par les usines des pays participants à ce projet. Tous ces résultats ont été déjà l'objet de plusieurs rapports.

II. Rappel des protocoles expérimentaux :

Dans le cadre de l'étude sur la variabilité du caoutchouc naturel africain, deux protocoles expérimentaux ont été mis en place. Un premier protocole, discuté lors des réunions du Comité technique de Yaoundé en 1997 dans le cadre de l'ACNA a été mis en place en 1998. Le deuxième discuté lors des réunions du Comité technique de Douala en 2001 après la reprise du projet dans le cadre de l'UNOPS/IRSG a été mis en place en 2002.

II.1 Conditions de mise en place du premier protocole expérimental (1998)

L'objectif de la première étude résidait dans la détermination de la variabilité intrinsèque pour atteindre une dispersion minimale. La variabilité correspondait à la somme des variabilités induites par la matière première elle-même et son mode d'usinage. L'étude devait être prise comme un constat sur la qualité produite par différentes usines africaines appartenant à l'ACNA. Les conditions de mise en place du premier protocole expérimental et la procédure d'échantillonnage mises en place sont résumées au tableau 1.

Tableau 1 : Définition du protocole expérimental #1

Pays participants	Qualité	Protocoles
Cote d'Ivoire - SOGB - -SAPH	Latex Fonds de tasse industriels Off latex Fonds de tasse industriels Fonds de tasse villageois	<u>1/Qualité issue de latex</u> L'échantillonnage correspond à des balles provenant d'un canal de coagulation. On prélève sur 72 balles d'un même jour de production et une même ligne, un échantillon par balle. On mesure la Po, le PRI et la viscosité Mooney.. L'opération est répétée 3 fois durant 2 semaines au plus.
Gabon -Hevegab	Fonds de tasse industriels	<u>2/Qualité issue de fonds de tasse industriels</u> Le lot de fonds de tasse sera homogène et représentatif de fabrications courantes. On prend un échantillon/balle sur 72 balles sorties consécutivement de la presse. On mesure la Po, le PRI, la viscosité Mooney, et la teneur en impuretés. L'opération est répétée 3 fois durant 2 semaines au plus.
Nigeria -PAMOL	Off latex Fonds de tasse industriels	<u>3/Qualité issue de fonds de tasse villageois</u> Même procédure que pour les fonds de tasse industriels mais en augmentant le nombre de répétitions.
Cameroun -CDC	Fonds de tasse industriels Fonds de tasse villageois	<u>4/Procédure d'échantillonnage</u> les échantillons de balles sont prélevés 48 heures après la sortie du séchoir (balles conditionnées en palettes. Un échantillon est constitué de 2 coins de balles pris sur toute la hauteur et en diagonale (180 grammes/échantillon). On a fait une analyse individuelle des échantillons. L'échantillon est représentatif de la production d'une même équipe de la matière première à la palette. Les répétitions sont faites par la même équipe.

II.2 Conditions de mise en place du deuxième protocole expérimental (2002) :

La deuxième étude décidée avec la reprise des activités du projet sous contrôle de l'UNOPS/IRSG avait les objectifs suivants:

- vérifier les résultats obtenus lors du premier protocole expérimental
- intégrer de nouveaux critères physico-chimiques (masses molaires, taux de gel, acides gras, et autres) pour mieux qualifier la variabilité ;
- intégrer les observations et des critères spécifiques aux manufacturiers pour s'assurer de la validité des spécifications de la classification du grade SAR et son acceptabilité sur le marché à l'exportation.

On donne au tableau 2, le protocole expérimental tel qu'il devait être mis en place entre juin et septembre 2001.

Tableau 2 : Définition du protocole expérimental #2

Pays participants	Qualité	Protocole
<u>Cote d'Ivoire</u> - SOGB - SAPH - CCP	SAR 3 CV SAR 10 issu de coagulum des champs de plantations industrielles SAR10 issu de coagulum des champs de plantations villageois	<p align="center"><i><u>Initial</u></i></p> - des cycles de prélèvements/usine pendant 3 jours avec des cycles espacés d'un mois - pour chaque jour de prélèvement, 3 balles sont prises au hasard et prise de 2 coins de balles, de 5 kilogrammes chacun, soit un total de 12 échantillons/jour/cycle/qualité. - contrôle de l'origine clonale, de la maturation et des conditions de stockage - prise en compte l'aspect saisonnier important pour les pays africains ; - analyse des échantillons à plusieurs niveaux : par les laboratoires d'usines, par les laboratoires centraux, par le laboratoire du CIRAD à Montpellier - analyse statistique au niveau national
Gabon - Hevegab		<p align="center"><i><u>Mis en place</u></i></p> - participation de deux pays (Cote d'Ivoire et le Cameroun) au lieu de 4 initialement prévu ; - abandon de l'étude du SAR 3 CV ; - analyse d'une seule qualité de SAR 10 issu d'un mélange de fonds de tasse de plantations industrielles et villageoises, les producteurs n'usinant plus les deux qualités séparément ; - analyse de la variabilité à partir des résultats du CIRAD, le laboratoire de Montpellier ayant été le seul à analyser les 36 échantillons des 4 usines; - pas de participation d'un manufacturier, et remplacement par une étude rhéologique au RPA 2000 en collaboration avec la société Alpha Technologies.
Nigeria - PAMOL		
Cameroun - CDC		

III. Résultats des deux études

III.1 Protocole expérimental #1

Les résultats de la première étude ont été l'objet de rapports individuels pour chaque société, publiés en novembre 1998. On résume les conclusions de cette première étude orientée sur deux approches :

- une analyse statistique de la variabilité intrinsèque entre balles
- une évaluation du risque pour que des balles soient en dehors des limites de la spécification SAR.

III.1.1 Analyse individuelle des balles

Les tableaux 3A, 3B et 3C (annexe 1) donnent les moyennes (\bar{X}), les écart-types (δ), et l'écart entre les valeurs maximales et minimales trouvées pour toutes les balles (Δ) en fonction du grade SAR. La figure 1 donne la distribution des valeurs de plasticité initiale pour 2 usines. La figure 2A décrit la variabilité de la plasticité initiale Wallace mesurée pour une usine sur une production de 5 jours. L'interprétation des résultats a conduit aux observations suivantes:

- pour les qualités latex (SAR 3L) , les usines étudiées ont des dispersions très importantes et inhabituelles pour ce type de caoutchouc ;
- pour la qualité SAR 10 des balles obtenues à partir de coagulums des champs d'origine industrielle, deux usines (A et E) présentent les dispersions les moins élevées. Les autres sociétés (B,C et D) semblent avoir des difficultés pour contrôler leur procédé ce qui se traduit par une variabilité des balles importante.

III.1.2 Estimation du risque de balles non-conformes

Pour établir les risques encourus par un producteur de vendre un lot non conforme à son client, il est possible de définir un modèle mathématique décrivant la variation sur le critère SAR considéré. Ainsi pour la plasticité Wallace , on peut écrire :

$$P_i = m + D_i + E_i$$

- $P(i)$ =valeur de la plasticité Wallace pour la balle i ,
- $-m$ = moyenne générale de la ligne de production telle que réglée pendant la période d'observation
- D_i =déviation du processus D_i (déréglage) à l'instant où la balle est produite,
- E_i = erreur due à l'hétérogénéité de la matière première (à l'échantillonnage et à la mesure elle même), ou variable aléatoire propre à la balle.

Les dérégles expliquent les fluctuations et les tendances à l'intérieur d'une répétition ainsi que les différences entre les répétitions. La variance (D_i) et les erreurs aléatoires (E_i) suivent une loi normale de moyenne nulle. On donne à la figure 2B, une courbe de résultats obtenus avec ce type d'approche.

A partir des données initiales et des estimations de la variance dues aux dérives lentes (D_i) et rapides (E_i), on peut calculer (tableau 4) le pourcentage des lots qui possèdent au moins une balle en dehors de la limite de la spécification SAR en prenant 30 pour la plasticité initiale pour du SAR 10.

Tableau 4 : pourcentage de lots non conformes

USINE	GRADE SAR	% DE LOT NON CONFORME
A	SAR 3 L	0
	SAR 10	0
B	SAR 10 villageois	1.55
	SAR 10 industriel	4.90
C	SAR 10	99.4
D	SAR 10 villageois	0
	SAR 10 industriel	0
E	SAR 3	97,5
	SAR 10	1000

Cette approche conduit à dire que pour la plasticité Wallace, seuls les lots produits par les usines A et D ne possèdent aucune balle dont la valeur de la plasticité est inférieure à 30 points . Les autres usines, surtout C et E D produisent un caoutchouc dont les propriétés sont assez variables, ce qui signifie que leurs procédés de fabrication n'est pas bien maîtrisé.

Le premier protocole sur la variabilité du caoutchouc naturel africain a donc permis d'avoir une image à un instant donné de la dispersion de caractéristiques de la norme SAR de balles de caoutchouc à la sortie des lignes de production de plusieurs usines africaines. Deux usines seulement contrôlent leur procédé.

Ce n'est qu'après évaluation de la dispersion des mesures, ce qui a été réalisé par le premier protocole mis en place, que des actions correctives peuvent être entreprises. Aucun plan d'échantillonnage ne peut être efficace tant que le procédé de fabrication n'est pas maîtrisé. Il était donc nécessaire de déterminer le poids des facteurs qui influencent la dispersion des propriétés et qui seraient les sources de la variabilité pour pouvoir les corriger. C'était l'un des objectifs du deuxième protocole expérimental

III.2. Protocole expérimental #2

Les objectifs du deuxième protocole sur la variabilité du caoutchouc naturel ont été les suivants :

- vérifier la variabilité inter-usine mis en évidence lors du premier protocole expérimental
- intégrer de nouveaux critères physico-chimiques (masses molaires, taux de gel, acides gras, et autres) pour mieux qualifier la variabilité ;
- déterminer le poids des facteurs qui sont les sources de la variabilité.

On résume au tableau 5 des informations sur l'origine et sur les conditions d'usinage des balles de caoutchouc sur lesquelles ont été prises les 36 échantillons analysés.

Tableau 5 : Préparation des balles de SAR 10 du protocole #2

Pays / Paramètres	Côte d'Ivoire			Cameroun
Usine	A	B	C	D
Grade	Coagulum de champs / SAR 10			
FT industriels	80%	60%	67%	100%
FT villageois	20%	40%	33%	
Clone	Mélange			
Stockage fonds de tasse avant usinage	1- 2 semaines	1- 2 semaines	1 - 2 semaines	4 semaines
Conditions stockage	Sous abri			
Cycle	Avril-Août 2002	Avril-Août 2002	Avril-Août 2002	Décembre 2001- Février 2002 Avril- Mai 2002
Traitement à l'acide phosphorique	Non	Oui	Oui	Oui
Conditions séchage -temps (heure) -température (°C)	4 - 4,5 120	7 112	4 110	4 115
Ligne d'usinage	Sandard avec -Slab-cutter, -Prebreaker a double vis, shredder ou -Broyeur à marteaux, crêpeuses, -shredder,-5crêpeuses,- Shredder,-Séchoir			

III.2.1 Evaluation de la variabilité inter-usine à partir des critères de la norme SAR :

On résume au tableau 6 et aux figures 3 à 5, les moyennes et écart-types trouvés sur les 36 échantillons analysés au laboratoire du CIRAD pour des critères de la norme SAR et des paramètres nouveaux .

Tableau 6 : Contrôle selon les critères de la norme SAR sur des échantillons de SAR10 de 4 usines africaines

Propriétés	USINE							
	A		B		C		D	
	Moy.	Std	Moy.	Std	Moy.	Std	Moy.	Std
Po (1/100mm)	40.4	3.09	42.9	2.13	43.8	1.28	40.7	1.64
PRI (%)	66.3	5.97	73.1	3.42	74.5	4.58	59.9	11.41
ML (1+4)	82.8	3.22	87.6	2.68	87.9	1.54	86.1	1.62
MS (3+4)	49.5	2.29	53.5	1.34	54.0	0.71	52.3	1.60
Impuretés (%)	0.016	0.004	0.023	0.011	0.024	0.005	0.01	0.006
Cendres (%)	0.31	0.02	0.43	0.03	0.33	0.03	0.37	0.15
Azote (%)	0.24	0.06	0.25	0.06	0.25	0.06	0.27	0.02

On observe des différences entre les usines sur la plasticité Wallace initiale, le PRI, la viscosité Mooney, la teneur en impuretés et le taux de cendres et principalement :

- pour la plasticité initiale, l'usine A a la plus forte dispersion et l'usine C la plus faible. Les usines B et C se distinguent des usines A et D, comme cela a été observé lors du premier protocole expérimental. La faible Po de l'usine D pourrait être liée à un temps de maturation plus long. La composition du mélangeage de coagulums des champs aurait aussi une influence : les usines B et C qui utilisent un pourcentage plus élevé de coagulums des champs d'origine villageoise ont les plasticités initiales les plus élevées. Les observations pour la Po sont identiques pour la viscosité Mooney.
- pour l'indice de rétention de plasticité, le caoutchouc de l'usine D a la plus forte dispersion et le PRI le plus faible, et ce malgré le traitement à l'acide phosphorique. Le temps de maturation des coagulums avec l'usinage plus prolongé, serait à l'origine d'un PRI plus faible. L'usine A qui n'utilise pas un traitement à l'acide phosphorique contrairement aux usines B et C, a un PRI plus bas.
- pour la teneur en impuretés, les caoutchoucs des usines B et C ont les teneurs en impuretés les plus élevées, mais elles ont aussi la plus forte proportion de coagulum des champs d'origine villageoise. On a la même tendance pour la teneur en cendres. Le caoutchouc naturel africain reste un caoutchouc très propre, avec un taux d'impuretés bien inférieur à la limite de la classe SAR.

III.2.2 Evaluation de la variabilité par des critères physico-chimiques nouveaux:

Le laboratoire du CIRAD de Montpellier a mesuré sur tous les échantillons, les critères physico-chimiques, principalement les masses molaires moyennes, la distribution des masses molaires, le breakdown index, la teneur en macrogel et en microgel et le taux d'acide gras libre. On résume au tableau 7 et sur les figures 6 à 10, les moyennes et écart-types trouvés sur les 36 échantillons analysés au laboratoire du CIRAD pour des critères de la norme SAR et des paramètres nouveaux.

Tableau 7 : Critères physico-chimiques des échantillons de SAR10 pour les 4 usines.

Propriétés	USINE							
	A		B		C		D	
	Moy.	Std	Moy.	Std	Moy.	Std	Moy.	Std
Acide gras (g KOH/kg cc)	2.0	0.34	1.4	0.46	1.37	0.45	2.13	0.44
Breakdown Index	3.6	0.38	3.7	0.71	3.8	0.69	4.2	0.94
Mp (g/mol)	741	43.7	747	36.1	815	38.7	722	64.9
Indice de Polydispersité	4.2	0.17	4.2	0.30	4.2	0.26	4.4	0.22
Taux macrogel (%)	6.9	4.43	16.8	17.4	4.2	3.38	3.37	2.25
Taux microgel (%)	2.6	5.24	33.1	23.01	38.1	19.8	56.1	2.73

Parmi les critères physico-chimiques nouveaux, trois apportent des informations complémentaires sur la variabilité du caoutchouc naturel :

- la masse molaire moyenne en poids (M_p): le caoutchouc de l'usine D a la plus forte dispersion et l'usine A la plus faible. On avait le résultat inverse pour la P_o . Les caoutchoucs de l'usine B et C qui étaient comparables sur la P_o et la viscosité Mooney, sont différents pour la M_p .
- les taux de gels : les caoutchoucs de l'usine B ont la plus grande dispersion des résultats, et le taux de macrogel le plus élevé. L'usine D a la plus forte moyenne pour le taux de microgel, mais aussi la plus faible moyenne pour le taux de macrogel.
- le taux d'acide gras libre: les usines A et D appartiennent à une même classe et les usines B et C à une autre. Il apparaît une relation inverse entre le taux d'acides gras libre et la P_o .

III.2.3. Evaluation de la variabilité par des critères rhéologiques:

N'ayant pas pu tester par un manufacturier, le comportement au mélangeage des balles préparées lors du deuxième protocole, il est apparu intéressant de chercher à évaluer le comportement du caoutchouc avec un appareil de mesure rhéologique en dynamique déjà utilisé par des manufacturiers du secteur du caoutchouc. Un rhéomètre à cavité oscillante, le RPA 2000, est déjà très utilisé par de nombreux producteurs d'élastomères synthétiques et les manufacturiers pour mieux prévoir le comportement d'un mélange ou d'un caoutchouc lors de sa mise en œuvre. Il a été décidé, avec l'aide de la société Alpha Technologies de réaliser des essais pour:

- évaluer pratiquement les avantages et les inconvénients de la mesure au RPA2000 appliquée au caoutchouc naturel;
- analyser l'ensemble des échantillons du projet pour vérifier l'apport du RPA2000 pour discriminer les caoutchoucs provenant de quatre usines africaines;
- rechercher des corrélations entre les paramètres du RPA2000, les critères technologiques de la norme SAR et les critères physico-chimiques nouveaux.

III.2.3.1. Rappels sur la rhéologie des polymères :

La rhéologie aide à mesurer le comportement viscoélastique d'un élastomère. La réponse visqueuse et élastique de l'élastomère dépend des conditions d'application de la déformation. Si la déformation est faible ou lente, on est dans le domaine d'un comportement viscoélastique linéaire (plateau viscoélastique). Si la déformation est forte ou rapide, le comportement viscoélastique est dit non linéaire (région de transition vitreuse).

Les masses molaires et les branchements sont des paramètres qui affectent le comportement rhéologique d'un polymère et sa mise en œuvre. Il est admis que les relations entre le comportement rhéologique et les caractéristiques macromoléculaires sont plus ou moins clairement établies dans le domaine viscoélastique linéaire et il faut donc prendre toute interprétation des résultats dans le domaine non-linéaire avec prudence. En fait, la plupart des déformations des caoutchoucs rencontrées lors de la mise en œuvre relèvent du domaine non linéaire. Toute observation sur les élastomères dans le domaine non-linéaire doit toujours être prise avec réserve. On donne en annexe 2, la définition des grandeurs mesurées en rhéologie des polymères

III.2.3.2. Principe du RPA 2000:

L'analyseur RPA 2000 est un appareil de test rhéologique mécanique dynamique, spécialement conçu pour tester les matériaux viscoélastiques avec un large éventail de températures, contraintes et fréquences. Dans une chambre du RPA 2000 (figure 11), un moteur à entraînement direct imprime à la matrice inférieure un mouvement sinusoïdal sur une plage de déformations et de fréquences. La matrice supérieure est reliée à un capteur de couple, qui mesure le couple exercé sur l'échantillon. Ce couple est le couple complexe ou S^* en déphasage avec la déformation. Le RPA 2000 réduit le signal de couple S^* en une composante élastique S' (en phase avec la déformation) et une composante visqueuse (S''), déphasée de 90 degrés par rapport à la déformation) en appliquant une transformation de Fourier au signal S . Le RPA 2000 calcule le paramètre tangente δ ($\tan \delta$) à partir du rapport S''/S' . La $\tan \delta$ mesure l'équilibre entre le comportement élastique et visqueux. Le RPA 2000 donne les modules de cisaillement élastique (G') et visqueux (G'') à partir des valeurs de couple en les multipliant par le coefficient de forme approprié de la matrice et en les divisant par la déformation.

III.2.3.3. Résultats trouvés au RPA 2000 :

On donne aux figures 12A, 12B et 12C, des types de courbes obtenues sur les modules visqueux et élastique et sur la Tangente delta ($\tan \delta$)

On a testé la répétabilité des mesures sur 4 échantillons de SAR 10. Les coefficients de variation oscillent entre 1 % et 9 % pour la composante élastique S' , entre 2 et 10 % pour la composante visqueuse S'' et entre 3 et 8 % pour la $\tan \delta$. A titre de comparaison, les coefficients de variation pour les viscosimètres Mooney et plastomètre Wallace varient entre 3 et 5 %.

L'analyse des résultats à partir des critères de la norme SAR et des critères physico-chimiques nouveaux pour le deuxième protocole expérimental ont montré que les 4 usines étudiées pouvaient être réparties en deux groupes en fonction de leur P_0 (figure 13A), mais que toutefois si les caoutchoucs des usines B et C sont identiques en terme de P_0 , ils se différencient en terme de structure macromoléculaire (M_z , figure 13B).

A partir des essais au RPA2000, on a pu faire les observations suivantes :

- les caoutchoucs des quatre usines sont identiques en terme de couple visqueux (S''), quelque soit la déformation utilisée (figure 13C);
- les caoutchoucs sont différents en terme de couple élastique (S') pour les très grandes déformations (422 % et 750 %) en zone non linéaire de viscoélasticité) (figure.13 D et E);
- la $\tan \delta$, permet de discriminer des usines dans le domaine linéaire (petites déformations) mais pas dans le domaine non linéaire (grandes déformations). Ce résultat est inverse à celui observé pour le module élastique ;
- comme pour la P_0 , on retrouve que le couple usines A et D se différencie du couple usines B et C ;
- Il est étonnant de ne trouver aucune relation entre le couple visqueux (S'') et des paramètres technologiques tels que la viscosité Mooney (M_S ou M_L) ou la plasticité Wallace (P_0), qui sont surtout corrélés à la $\tan \delta$ dans le domaine linéaire de visco-élasticité.

- les seules corrélations observées dans le domaine non linéaire sont avec le couple élastique (S'), ce qui est assez paradoxal.
- la $\text{tg}\delta$ apporte une discrimination des caoutchoucs produits pas les 4 usines différente de celles obtenues avec les critères classiques (P_0) ou nouveaux (M_z)).

Les meilleures corrélations, généralement faibles, trouvées entre des paramètres rhéologiques avec les paramètres de la norme SAR et des nouveaux critères physico-chimiques sont résumés au tableau 8 .

Tableau 8 : corrélations entre paramètres rhéologiques et ceux de la norme SAR et des critères physico-chimiques

Critères	Paramètres SAR	Paramètres RPA 200
Norme SAR	MS (3+4)	$\text{tg}\delta$ (4.2 %)
	MS (3+4)	$\text{tg}\delta$ (10 %)
	ML (1+4)	$\text{tg}\delta$ (10 %)
	Po	$\text{tg}\delta$ (4.2 %)
	MS (3+4)	S' (422%)
	MS (3+4)	S' (100%)
	ML (1+4)	S' (422%)
	ML (1+4)	G' (100 %)
Physico-chimiques Nouveaux	Taux d'acides gras	$\text{tg}\delta$ (4.2 %)
	Taux lipides totaux	$\text{tg}\delta$ (4.2 %)
	Mp	$\text{tg}\delta$ (4.2 %)

IV. CONCLUSION

La première étude sur la variabilité du caoutchouc naturel africain réalisée sur 5 usines des quatre pays participants au projet, a permis d'avoir une image à un instant donné de la dispersion des caractéristiques physico-chimiques des balles de caoutchouc naturel à la sortie des lignes de production. Si on réfère aux normes d'acceptations du SAR, c'est à dire qu'aucune balle présente dans un lot ne doit avoir une caractéristique en dehors des limites de la norme, on a constaté que seules deux usines arrivent à bien maîtriser leur procédé et peuvent satisfaire à cette exigence. Il faudrait mettre en place des procédures d'échantillonnage très lourdes pour arrêter les mauvais lots. Ce type de procédure ne serait pas très efficace et serait surtout très coûteuse. Il est donc préférable de commencer par comprendre les sources de variabilité et les corriger, car une procédure d'échantillonnage ne peut être efficace que si le procédé de fabrication est parfaitement maîtrisé.

La deuxième étude sur la variabilité a retrouvé la variabilité inter et intra-usine et mis en évidence des causes de la variabilité du caoutchouc naturel pour 4 usines de deux pays. La proportion de coagulums des champs d'origine villageoise et de plantation industrielle dans le macro- mélangeage, le traitement à l'acide phosphorique, et le temps maturation des

coagulums avant l'usinage sont des facteurs qui ont une influence sur la variabilité du caoutchouc entre usines. Les critères classiques de la norme de spécification SAR permettent bien de différencier un même grade de caoutchouc naturel en fonction de l'usine qui le produit. Une cause de variabilité est liée aux mesures des laboratoires, ce qui doit inciter à poursuivre les essais inter-laboratoires au niveau régional tel que ceux mis en place dans le cadre du projet.

L'utilisation de nouveaux critères physico-chimiques, comme: la masse molaire moyenne en poids (Mp), les taux de gels, le breakdown index (BI), et à un degré moindre le taux d'acides gras libres (AG). apportent des éléments de différenciation pour mesurer la variabilité du caoutchouc naturel.

L'analyse rhéologique au RPA 2000 a apporté des informations complémentaires sur le comportement dynamique du caoutchouc naturel. Les résultats obtenus et la recherche de corrélations entre les divers paramètres à partir de critères rhéologiques, nous amènent à conclure qu'à l'heure actuelle, sans d'autres études additionnelles, il n'est pas possible à ce stade, de préconiser une mesure pertinente au RPA 2000, pour prévoir le comportement du caoutchouc naturel au mélangeage pour différencier le caoutchouc naturel.

Les trois études sur la mesure de la variabilité du caoutchouc naturel ont conduit à mettre en évidence des différences de propriétés sur les caoutchoucs produits par plusieurs producteurs africains. Si les critères de la norme SAR permettent bien de différencier les caoutchoucs en fonction de leur origine, l'introduction de nouveaux critères de spécification, notamment ceux en relation avec les masses molaires et sur le comportement viscoélastique sont de nouvelles approches qui nécessitent des études additionnelles. Il reste toujours à corréler ces paramètres avec les observations de manufacturiers lors des opérations de mélangeage et lors de la mise en œuvre (extrusion ou injection) du caoutchouc naturel.

Annexe 1 : Tableaux de résultats

Tableau 3 A : Résultats des analyses des échantillons provenant du traitement du latex SAR 3L

Usines	Propriétés	A	B	C
Nbre analyses	Po (1 /100 mm)	70	97	216
Moyenne		43.9	46.9	42.4
Ecart(type		1.2	2.0	6.7
Ecart Max-Min		6	9	39
Moyenne	P30 (1 /100 mm)	40.7	43.8	30.5
Ecart(type		1.5	1.9	6.9
Ecart Max-Min		8	10	38
Moyenne	PRI (%)	92.7	93.3	71.2
Ecart(type		3.2	5.7	9.6
Ecart Max-Min		17	24	70
Moyenne	Viscosité Mooney	73	78.7	
Ecart(type		1.0	3.9	
Ecart Max-Min		4	17	

X = moyenne δ = écart-type Δ = écart maximum-minimum

Tableau 3B : résultats des analyses des échantillons provenant du traitement de coagulums des champs d'origine de plantations industrielle (SAR 10)

Usines	Propriétés	A	B	C	D	E5
Nbre analyses	Po (1 /100 mm)	210	360	216	216	216
X		41.5	42.3	32.6	34.8	42.4
δ		2.05	3	2.2	3.4	1.5
δ val. Max-Min		11	16	11	19	7
X	PRI	67.7	77.7	55.2	63.8	73.4
δ		3.6	4.9	3.3	8.3	2.9
δ val. Max-Min		6	36	21	54	17
X	Viscosité Mooney	67.7	82.9	71.6	-	86.4
δ		3.6	4.08	5.4	-	1.7
δ val. Max-Min		6	20	27	-	9
X	Teneur Impuretés (%)	0.009	0.012	-	0.07	0.27
δ		0.003	0.002	-	0.006	0.03
δ val. Max-Min		0.018	0.011	-	0.02	0.12

X = moyenne δ = écart-type Δ = écart maximum-minimum

Tableau 3C: résultats des analyses des échantillons provenant du traitement de coagulums des champs d'origine villageoise (SAR 10)

Usines	Propriétés	A	B
Nbre analyses	Po (1 /100 mm)	360	288
X		38.4	41.33
δ		2.2	1.1
δ val. Max-Min		12	6
X	PRI	61.2	76.3
δ		9.83	3.0
δ val. Max-Min		54	19
X	Viscosité Mooney	83.4	86.0
δ		2.25	2.5
δ val. Max-Min		11	10
X	Teneur Impuretés (%)	0.013	0.02
δ		0.002	0.005
δ val. Max-Min		0.015	0.022

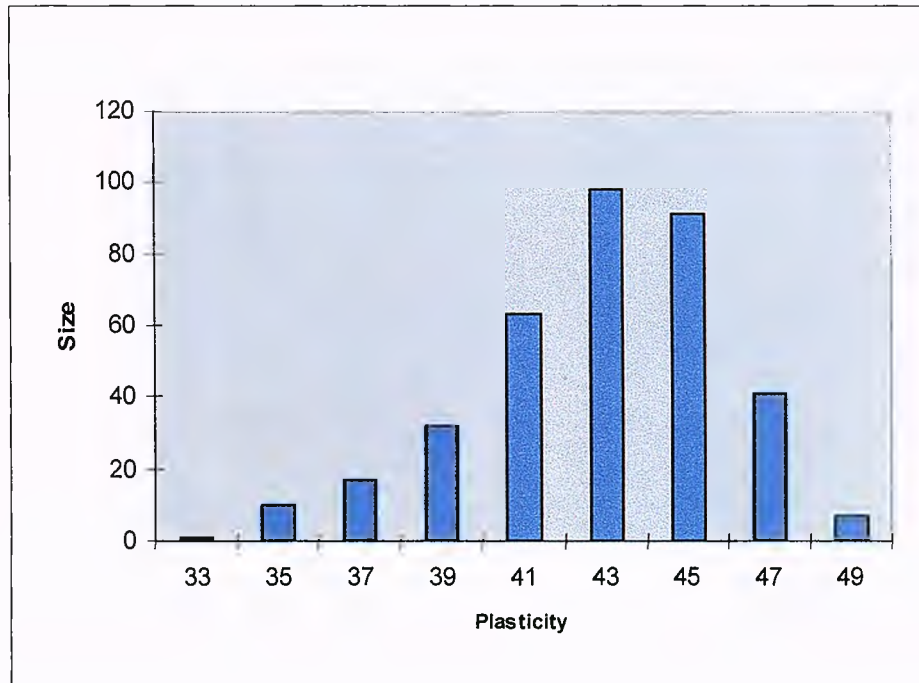
X = moyenne δ = écart-type Δ = écart maximum-minimum

Tableau 8 : Dispersion des caractéristiques physico-chimiques en Afrique et en Asie sur 10 balles de TSR 10

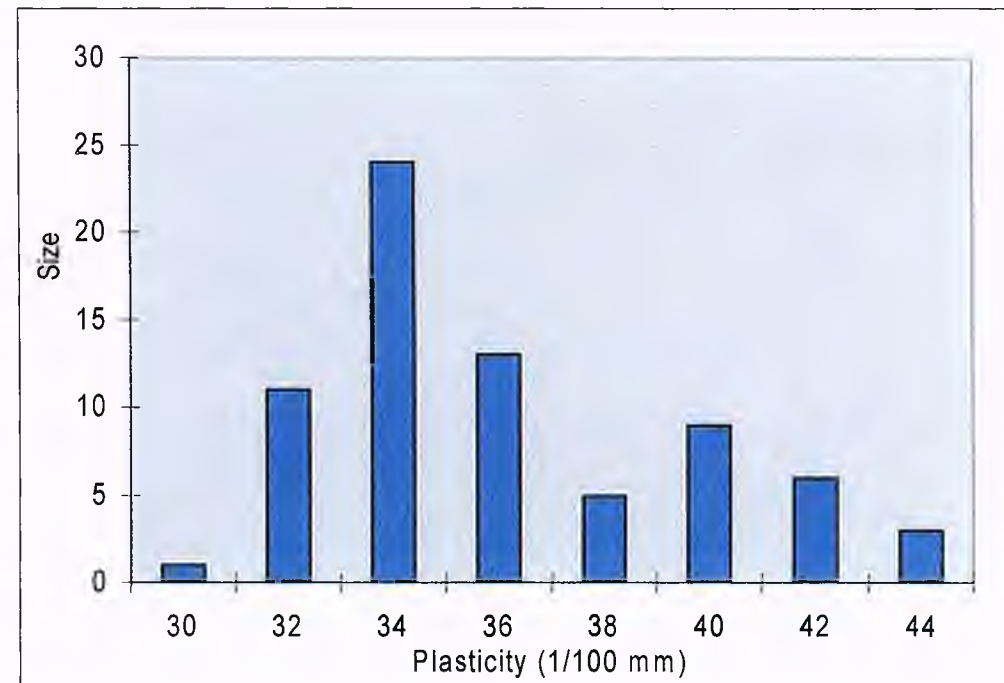
Propriétés	Indice de variabilité	Afrique	Asie
Plasticité Wallace (Po) (1/100 mm)	Moyenne	41	38
	Ecart-type	3.0	2.2
P30 (1/100 mm)	Moyenne	22	24
	Ecart-type	1.9	1.6
Indice de rétention de plasticité (PRI %)	Moyenne	53.2	64
	Ecart-type	4.6	1.7
Viscosité Mooney ML 1+4	Moyenne	84	91
	Ecart-type	3.4	3.5
Mz (x 10 ⁻³ g/mol)	Moyenne	1340	1140
	Ecart-type	5.1	1.7
Mp	Moyenne	689	600
	Ecart-type	6.6	1.8
Mn	Moyenne	160	144
	Ecart-type	5.6	3
Indice de polydispersité	Moyenne	4.3	4.2
	Ecart-type	4.4	2.2

FIGURE 1

DISTRIBUTION DES VALEURS DE PLASTICITE WALLACE INITIALE (Po)



DISTRIBUTION Po USINE B



DISTRIBUTION PO USINE D

FIGURE 2A

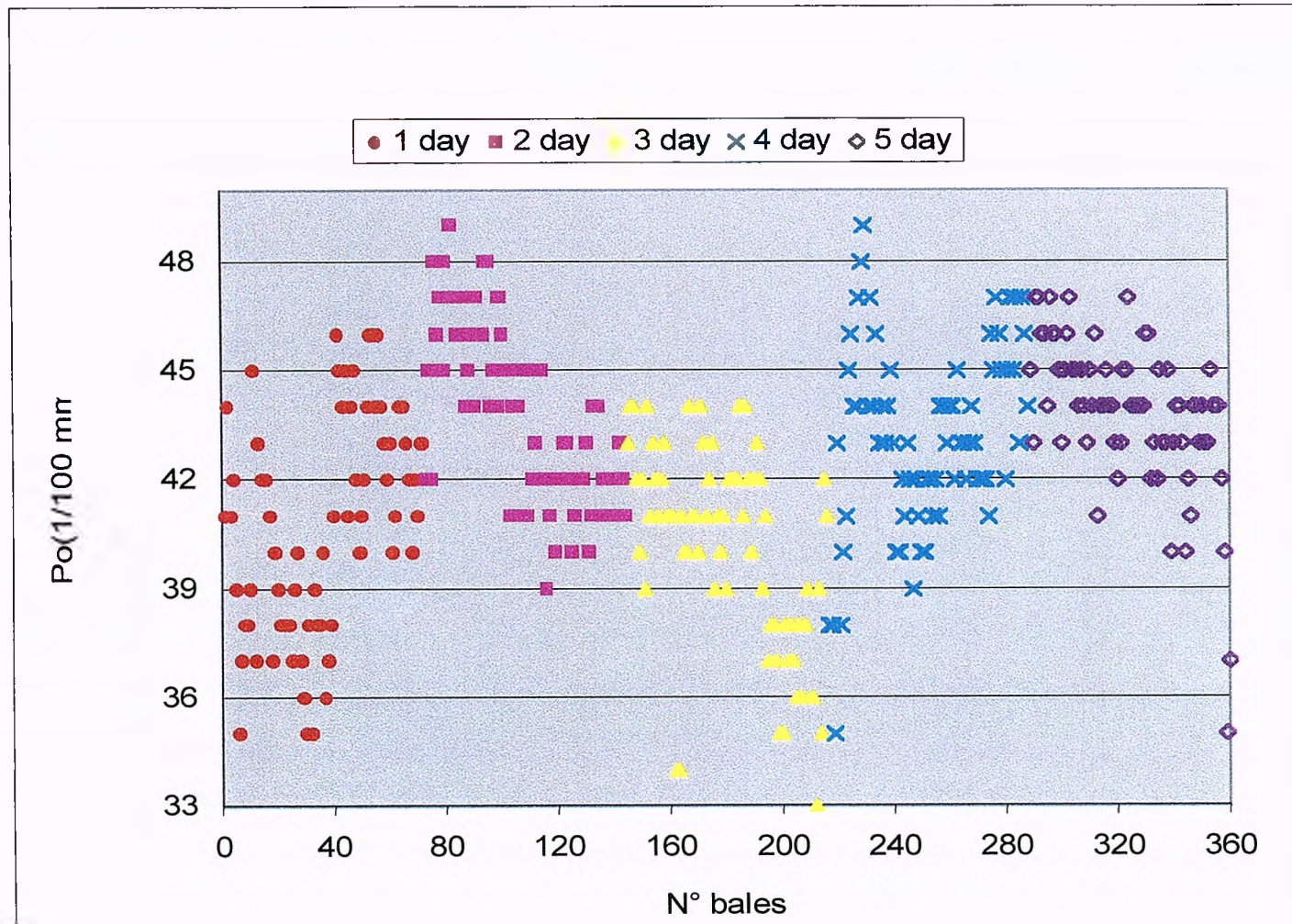
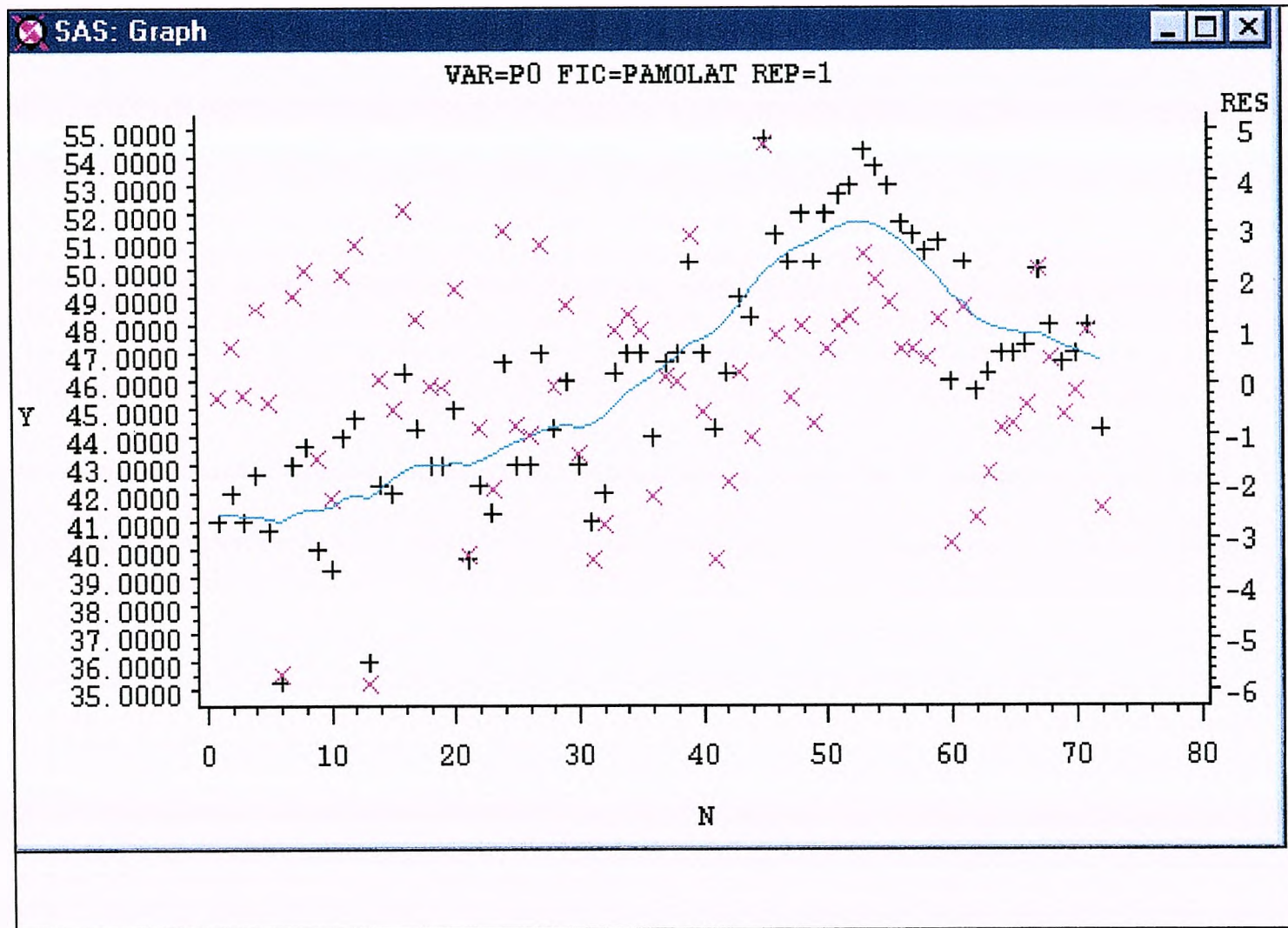
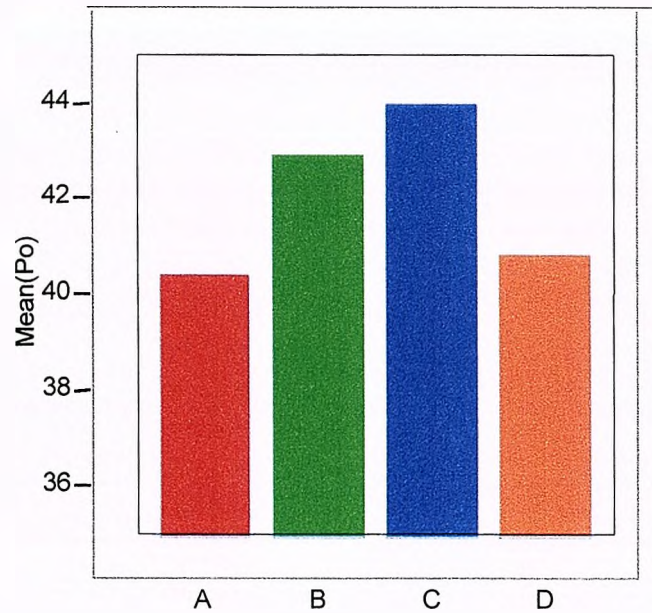


FIGURE 2B : VA RIATION DE LA PLASTICITE WALLACE INITIALE
DE BALLES DE CAOUTCHOUC DE GRADE LATEX

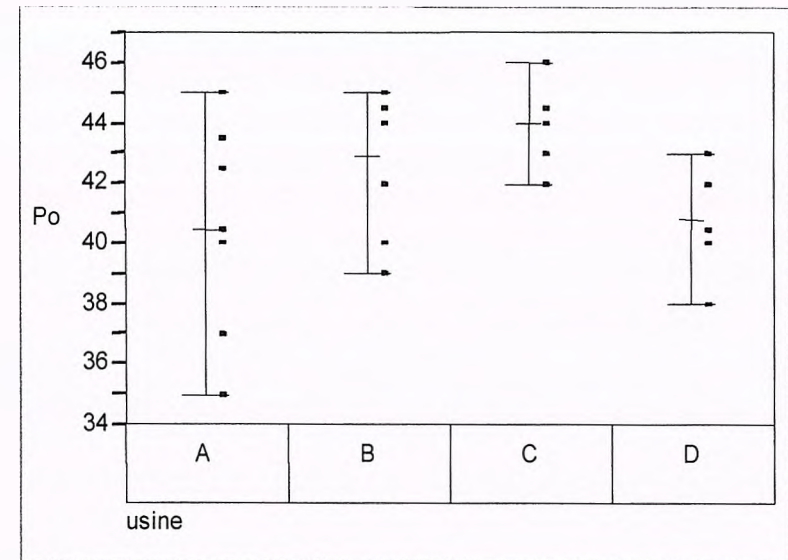


CONTROLE DE LA VARIABILITE INTER-USINE

FIGURE 3 : PLASTICITE WALLACE INITIALE (P_0)



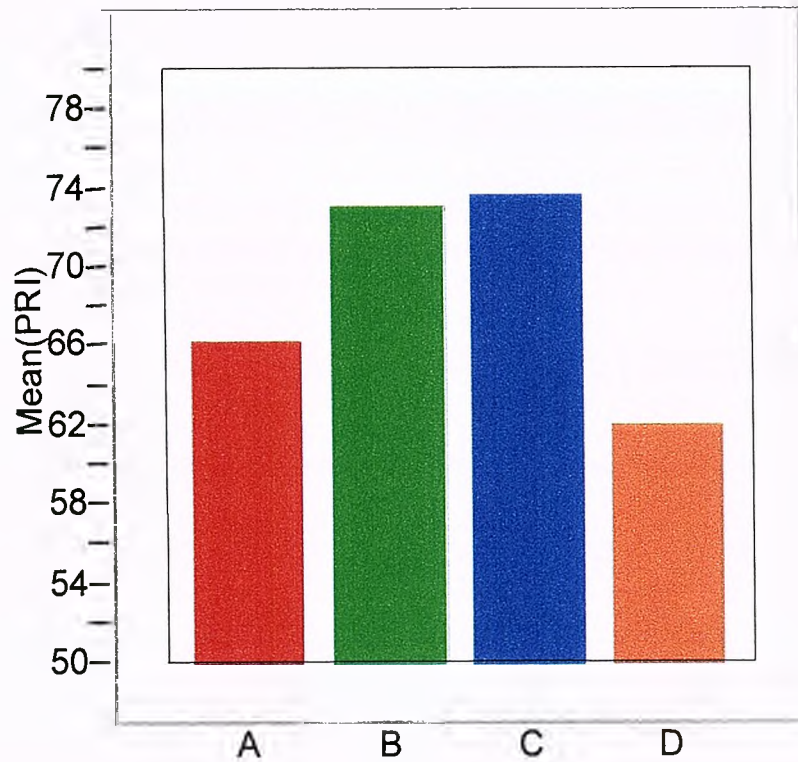
Moyenne



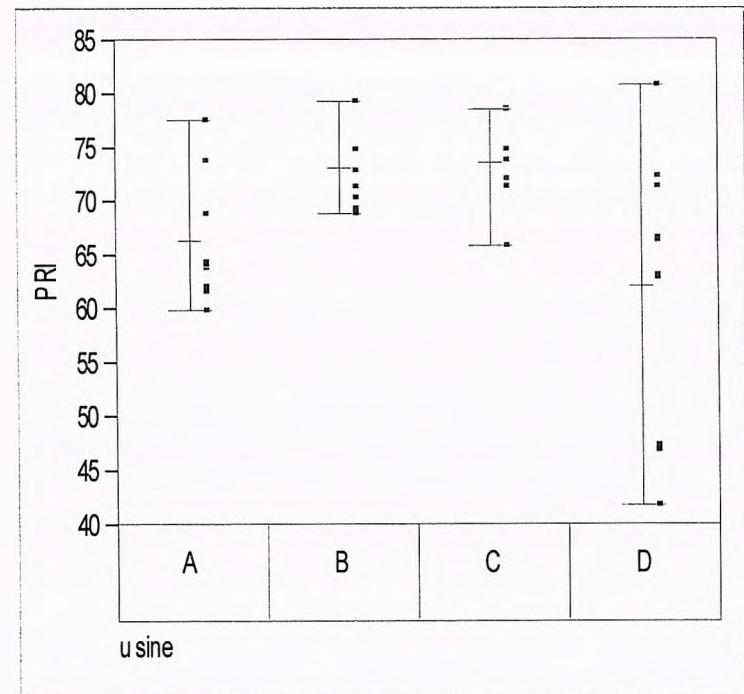
Distribution des résultats intra-usine

CONTROLE DE LA VARIABILITE INTER-USINE

FIGURE 4 : INDICE DE RETENTION DE PLASTICITE (PRI)



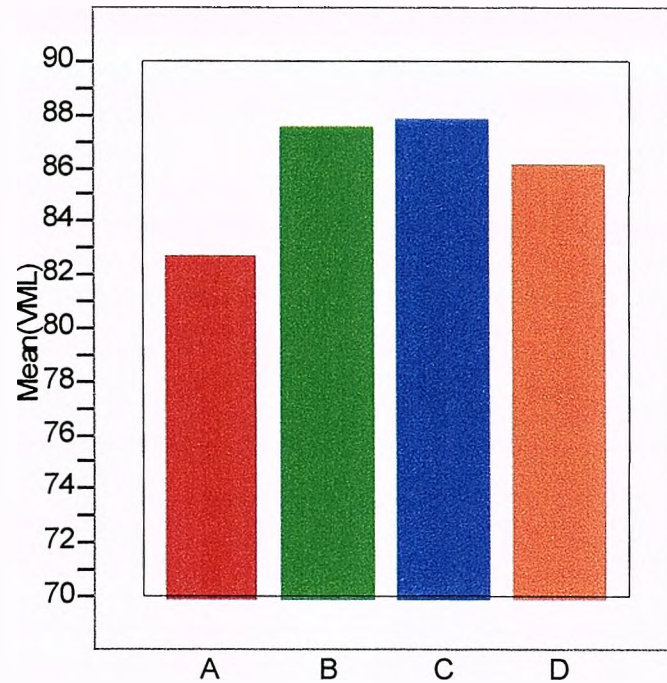
Moyenne



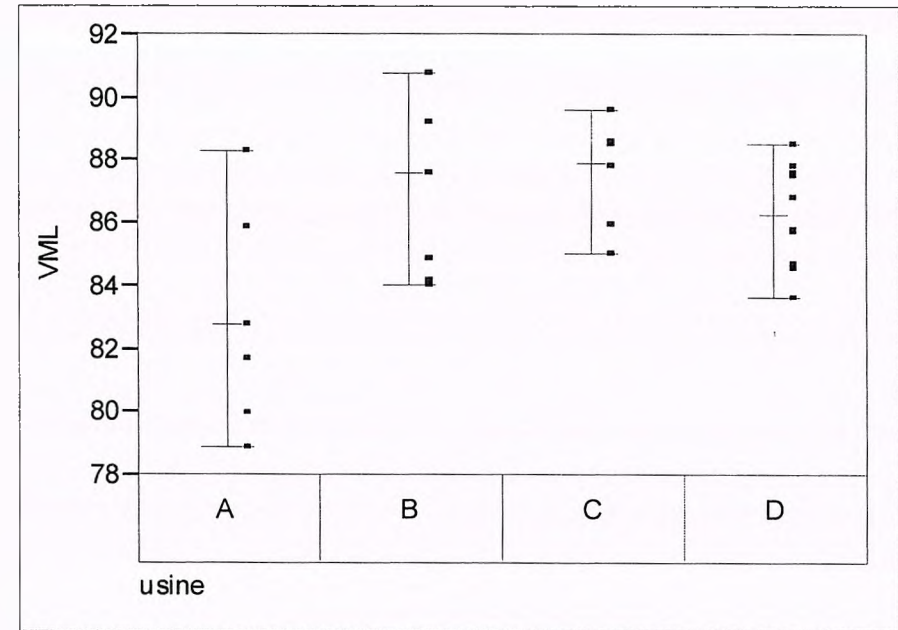
Distribution des résultats intra-usine

CONTROLE DE LA VARIABILITE INTER-USINE

FIGURE 5: VISCOSITE MOONEY(ML 1+4)

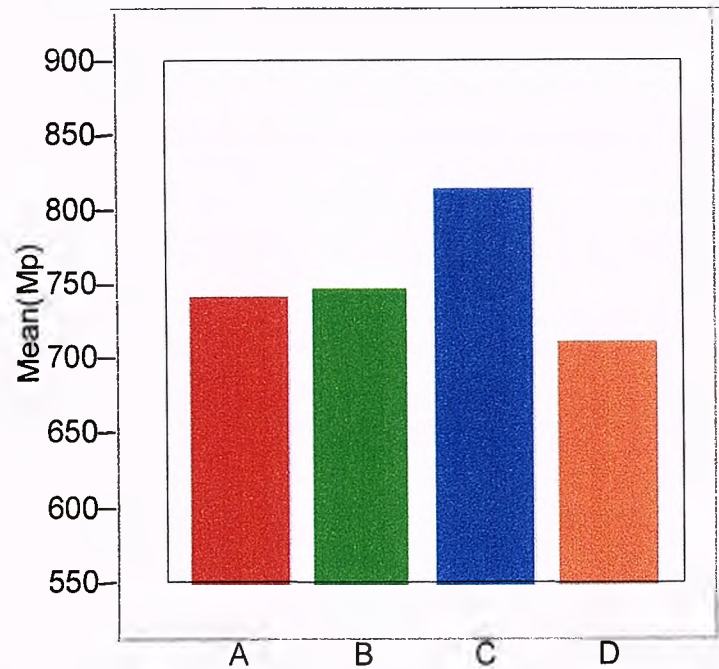


Moyenne

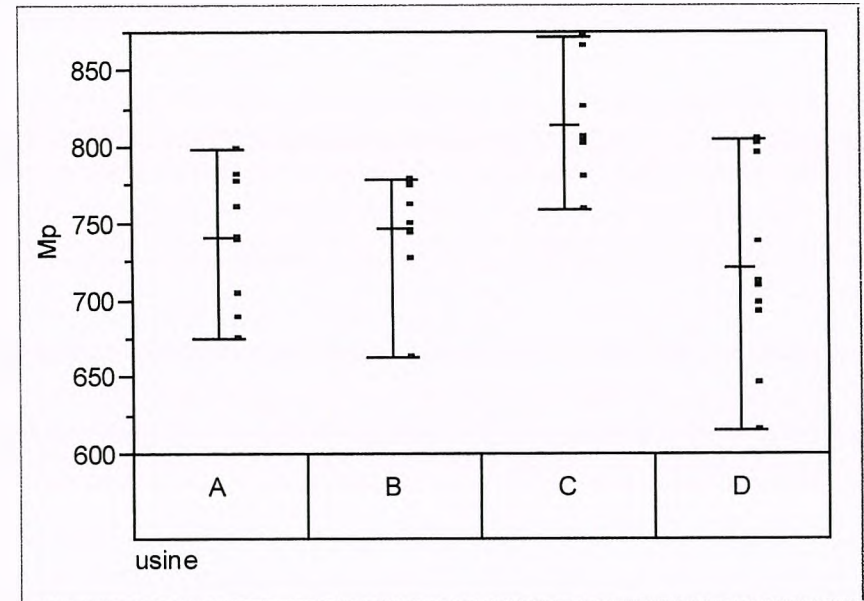


Distribution des résultats intra-usine

CONTROLE DE LA VARIABILITE INTER-USINE
FIGURE 6 : MASSE MOLAIRE EN POIDS M_p (KG/MOLE)



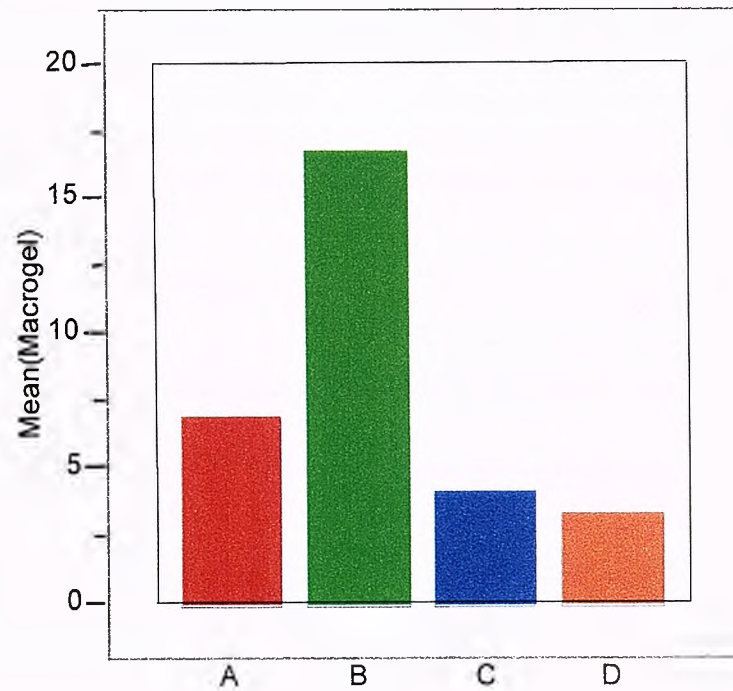
Moyenne



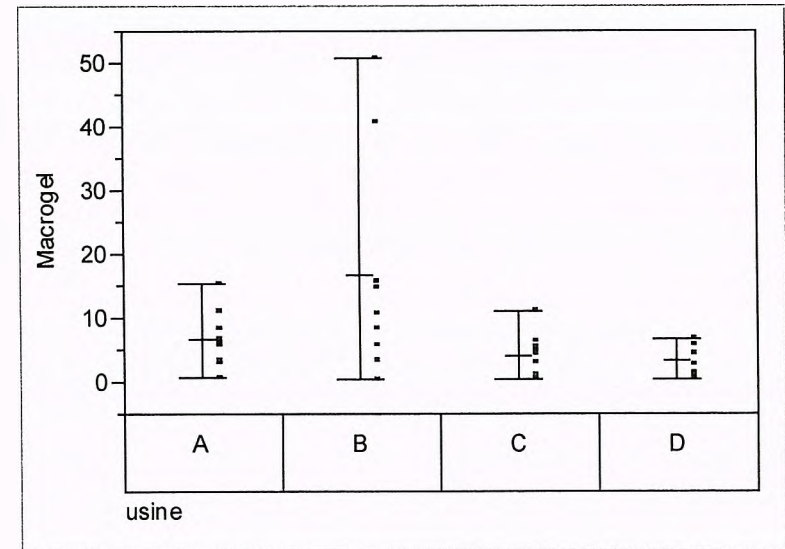
Distribution des résultats intra-usine

CONTROLE DE LA VARIABILITE INTER-USINE

FIGURE 7 : TAUX DE Gel (%)

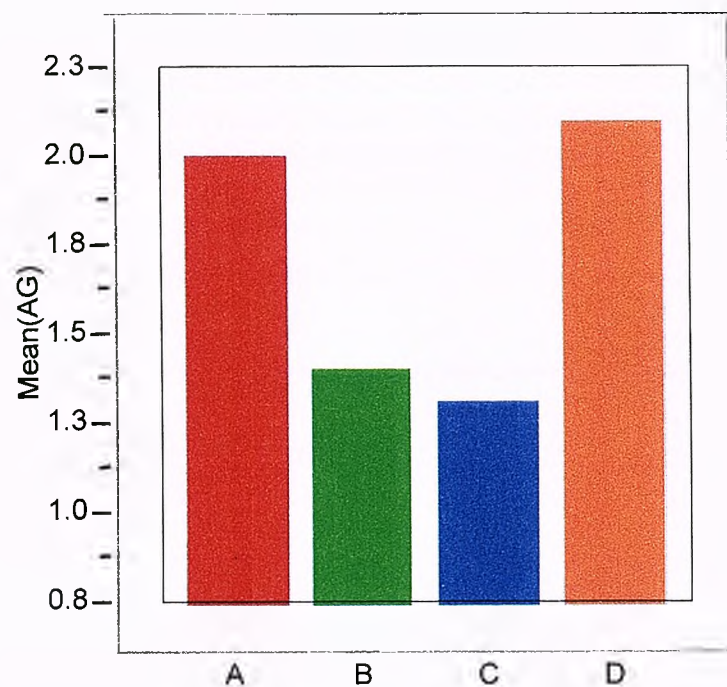


Moyenne

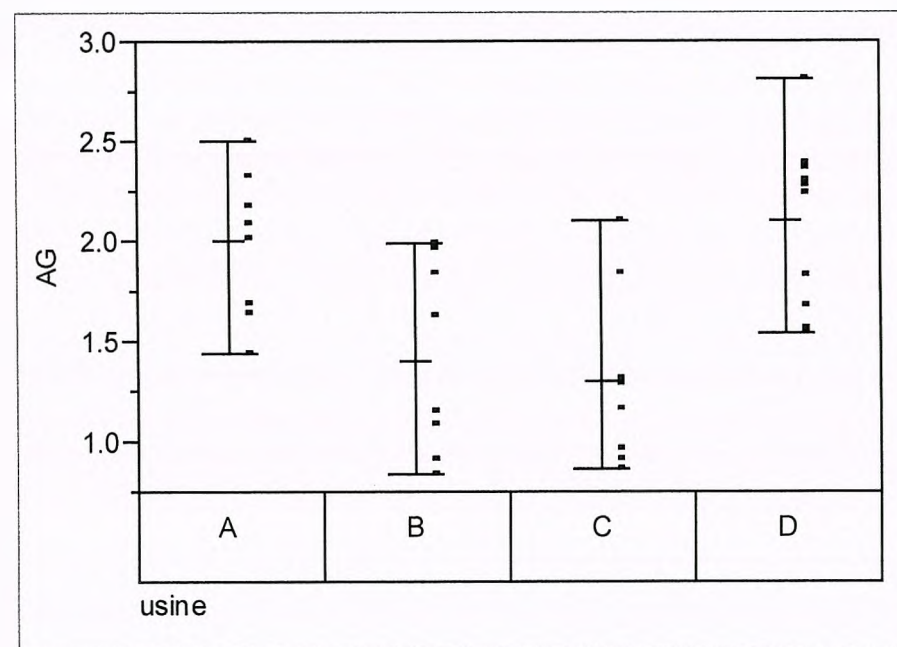


Distribution des résultats intra-usine

CONTROLE DE LA VARIABILITE INTER-USINE
FIGURE 8 : TAUX D'ACIDE GRAS LIBRE (G. KOH/KG CC)



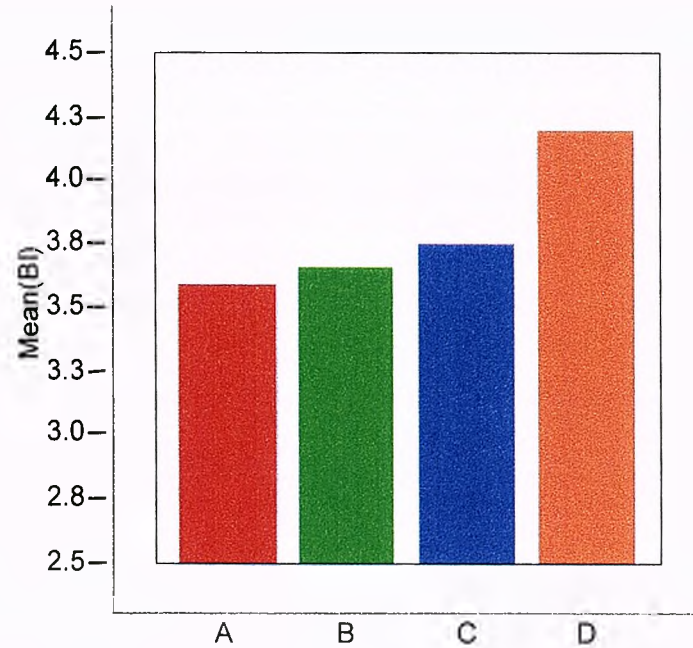
Moyenne



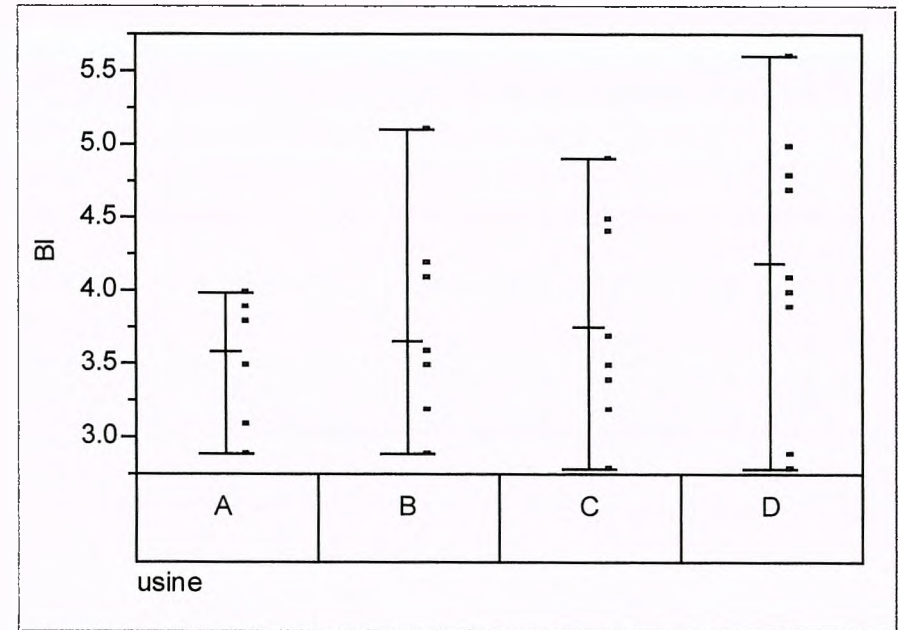
Distribution des résultats intra-usine

CONTROLE DE LA VARIABILITE INTER-USINE

FIGURE 9 : BREAKDOWN INDEX (BI)



Moyenne



Distribution des résultats intra-usine

FIGURE 10 : DISTRIBUTION DES MASSES MOLAIRES

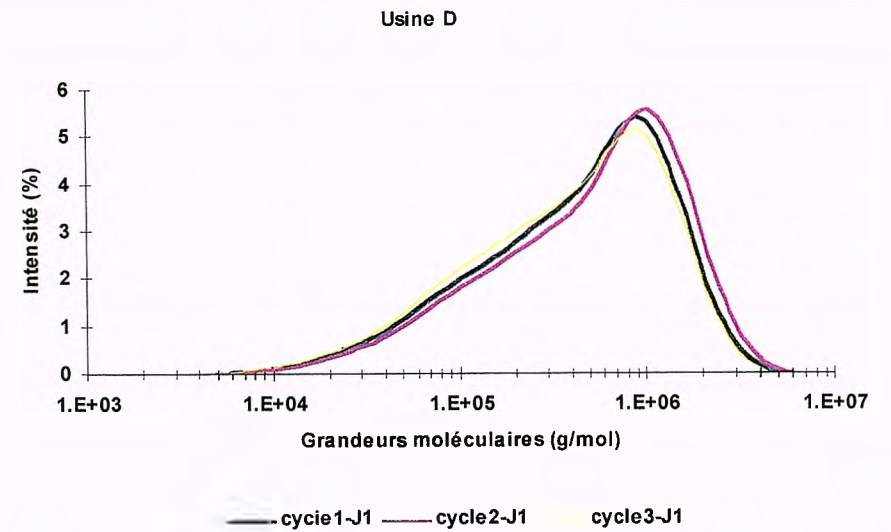
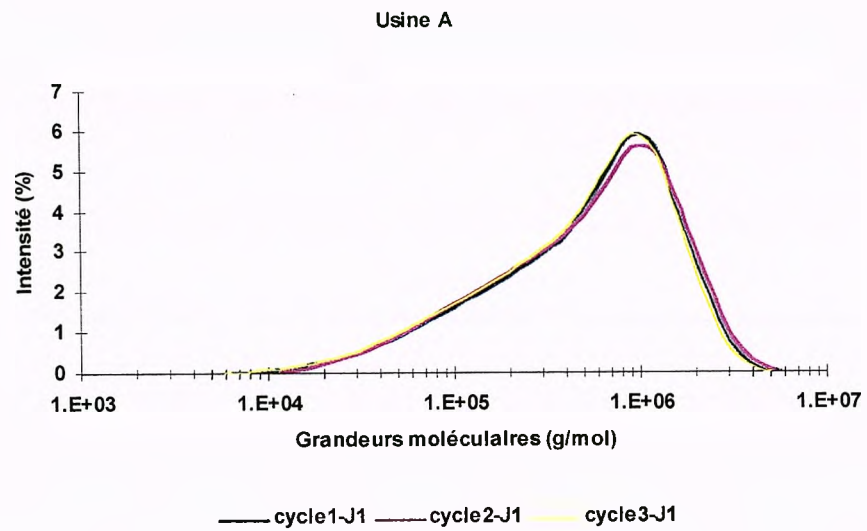
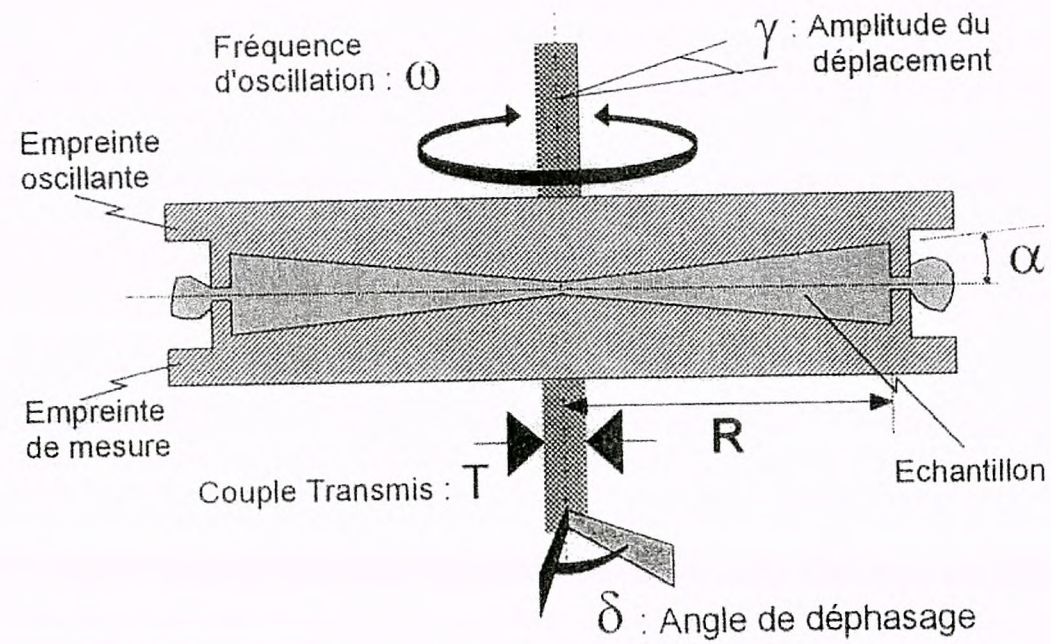


Figure 11 : PRINCIPE DE MESURE DU RPA 200



DEFINITION DES PARAMETRES RHEOLOGIQUES

Si un polymère viscoélastique est soumis à l'application d'une force telle que :

$$F = F_0 \cos \omega t$$

avec : F_0 = amplitude de la force,
 ω = la force angulaire,
 t = temps.

La force sinusoïdale F appliquée sur la face A de l'élément d'un volume d'un matériau viscoélastique correspond à une contrainte σ égale à :

$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{F_0}{A} \cos \omega t = \sigma_o \cos \omega t$$

A l'état stationnaire, le déplacement x varie en fonction du temps selon l'équation :

$$x(t) = x_o \cos (\omega t - \delta)$$

avec : δ = angle de déphasage entre la contrainte et la déformation

Dans le cas de faibles déformations, on est dans le domaine de viscoélasticité linéaire et le déphasage δ est une propriété du polymère qui dépend des caractéristiques chimiques, physiques et structurales ainsi que de la température de l'essai. Pour un matériau viscoélastique, il est possible de séparer la réponse élastique et visqueuse. On définit le module de cisaillement complexe (G^*) tel que :

$$G^* (\omega) = G'(\omega) + i G''(\omega)$$

avec :

- $G'(\omega)$ = module élastique (ou storage modulus) ou partie élastique du module en phase, associé au processus d'accumulation et de restitution de l'énergie au cours de la déformation périodique.
- $G''(\omega)$ = module visqueux (ou loss modulus) ou partie visqueuse, déphasée et associée au processus de dissipation de l'énergie sous forme de chaleur d'où son appellation de module de perte.
- $\text{Tg } \delta$ = tangente de l'angle de perte qui est le rapport du module visqueux sur le module élastique du matériau lors de la sollicitation dynamique (G''/ G').

FIGURE 12: COURBES ENREGISTREES AU RPA 2000

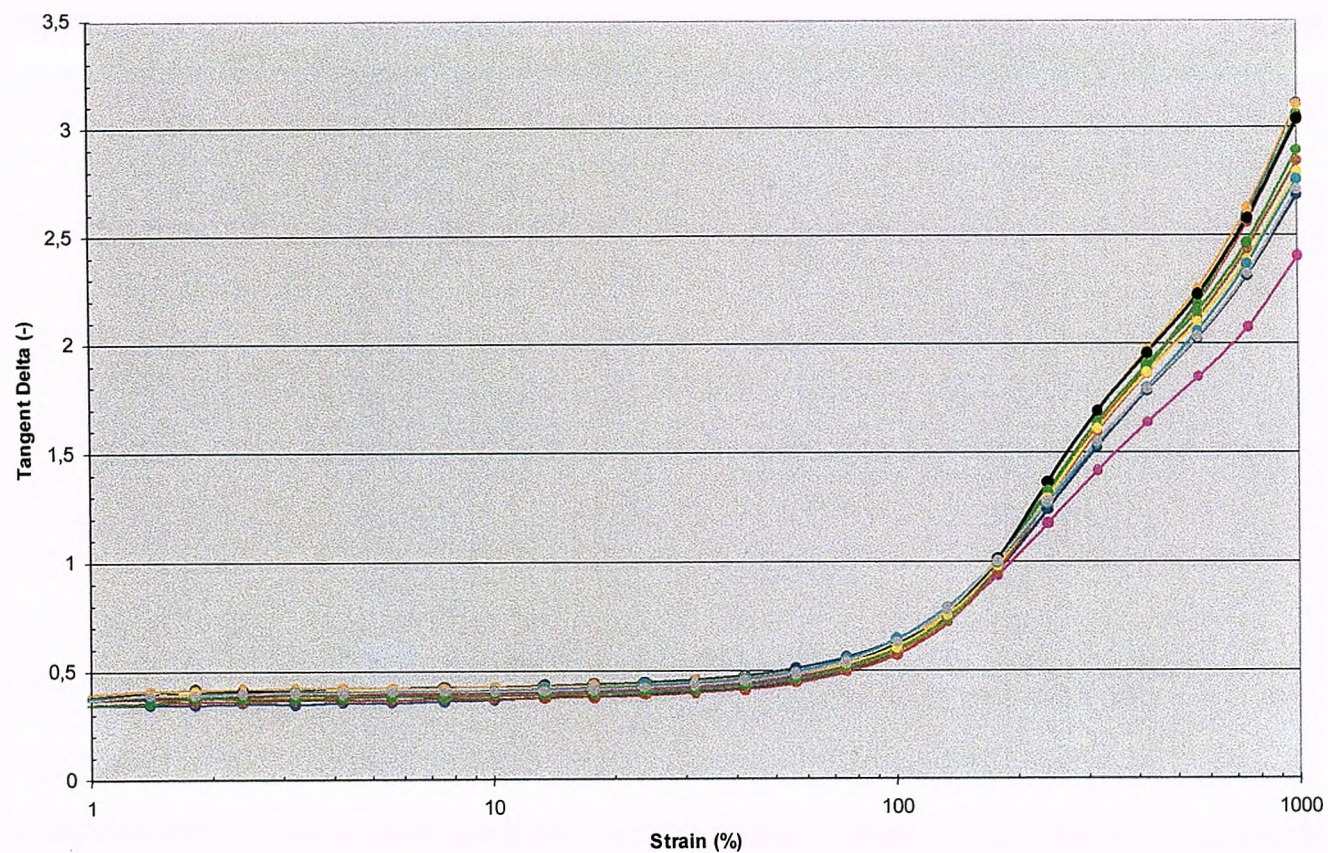


Figure 12A : $T_g \delta$

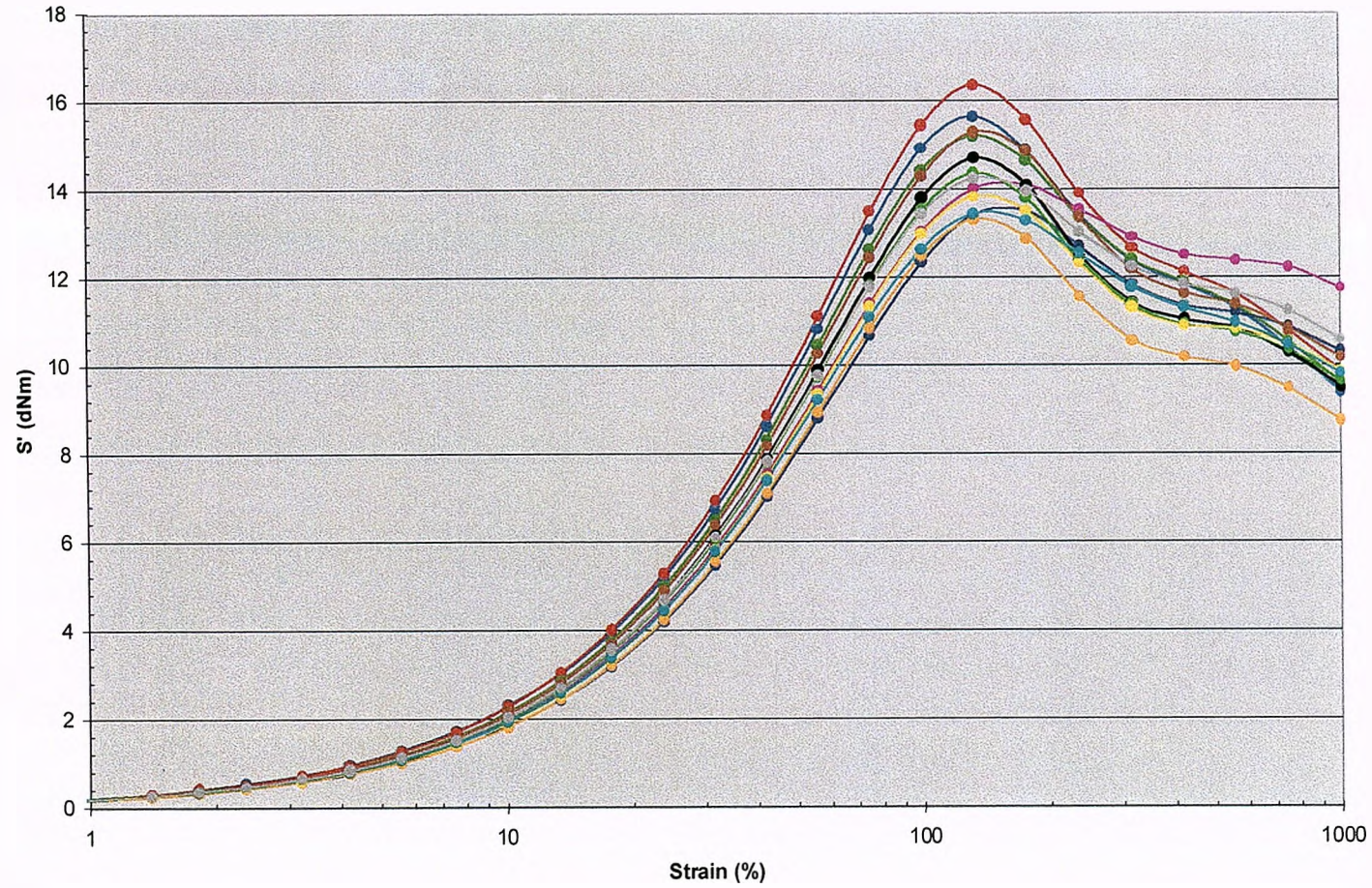


Figure 12B : COUPLE ELASTIQUE (S)

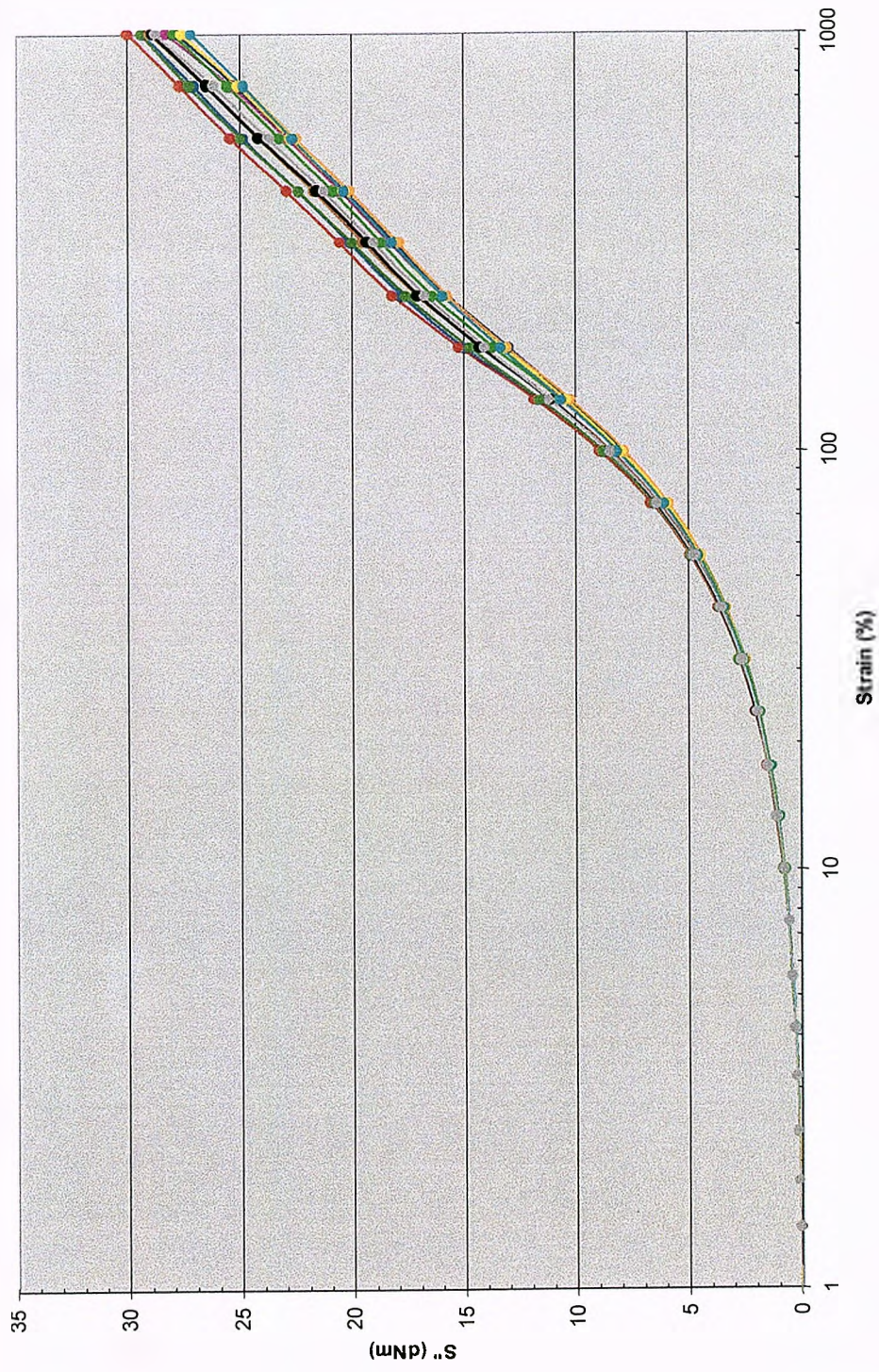


Figure 12C : COUPLE VISQUEUX (S'')

FIGURE 13A : DISCRIMINATION INTER- USINES A PARTIR DE
LA PLASTICITE WALLACE INITIALE

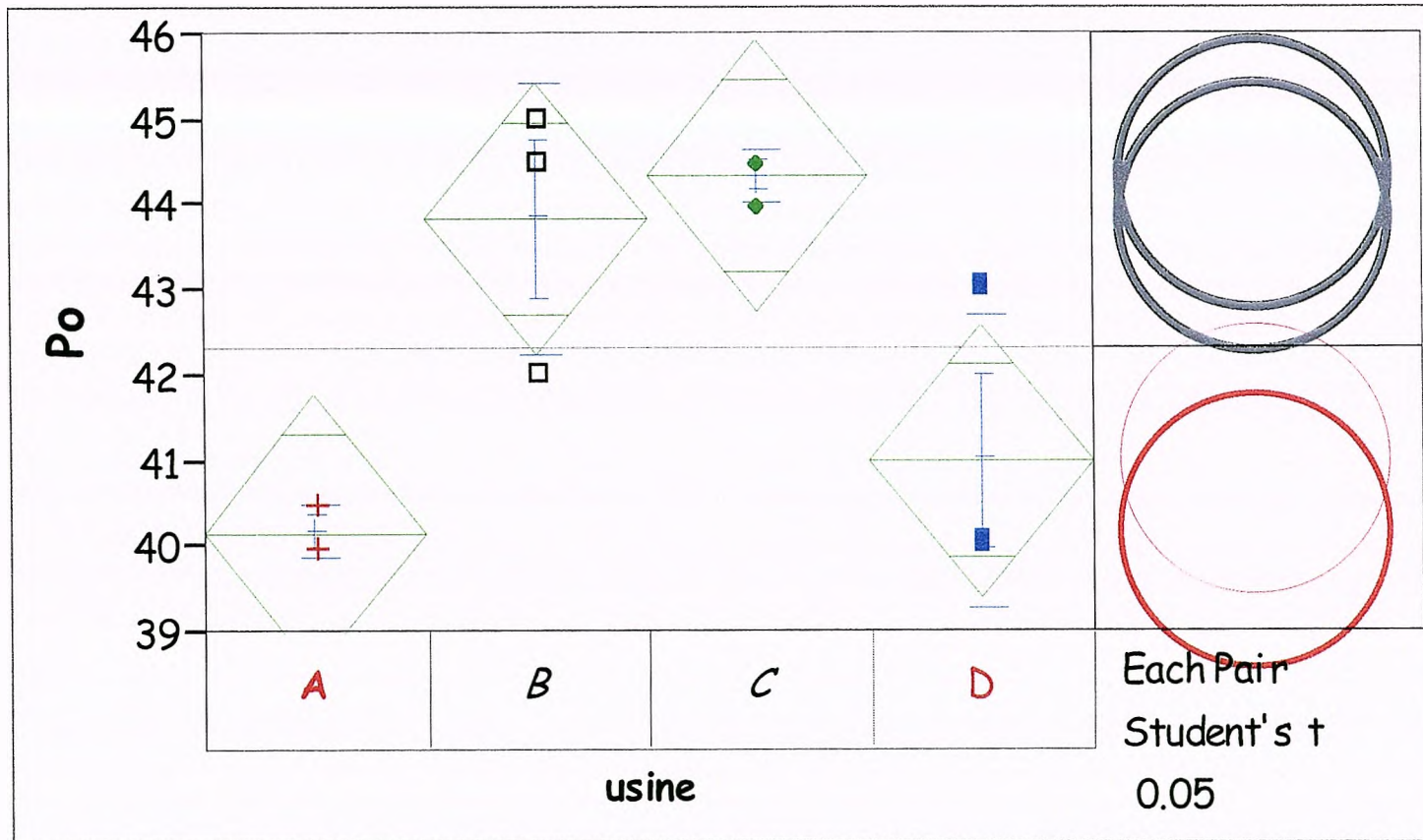


FIGURE 13B : DISCRIMINATION INTER- USINES
A PARTIR DE LA MASSE MOLAIRE M_z

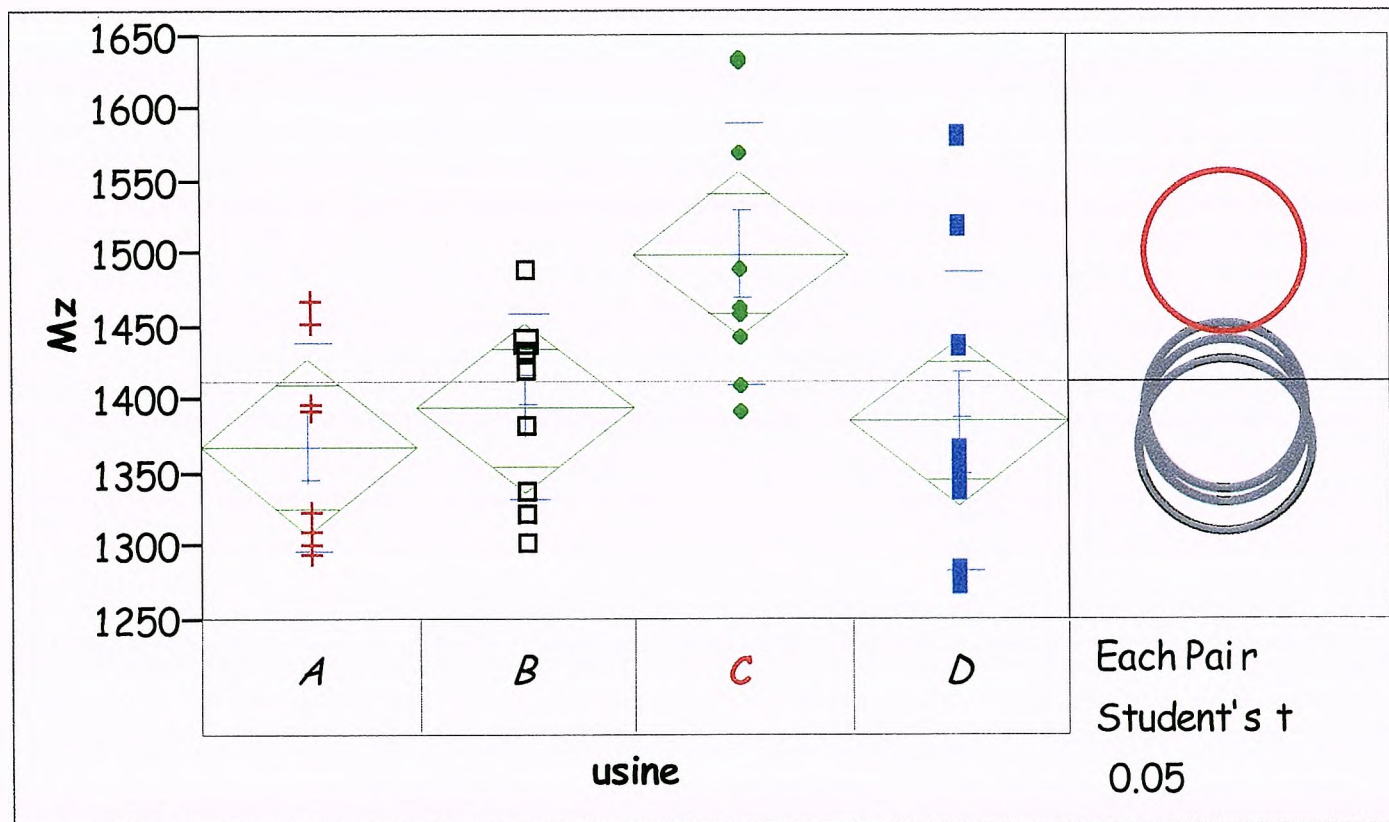


FIGURE 13 C : DISCRIMINATION INTER- USINES
A PARTIR DU COUPLE VISQUEUX (DEFORMATION 10%)

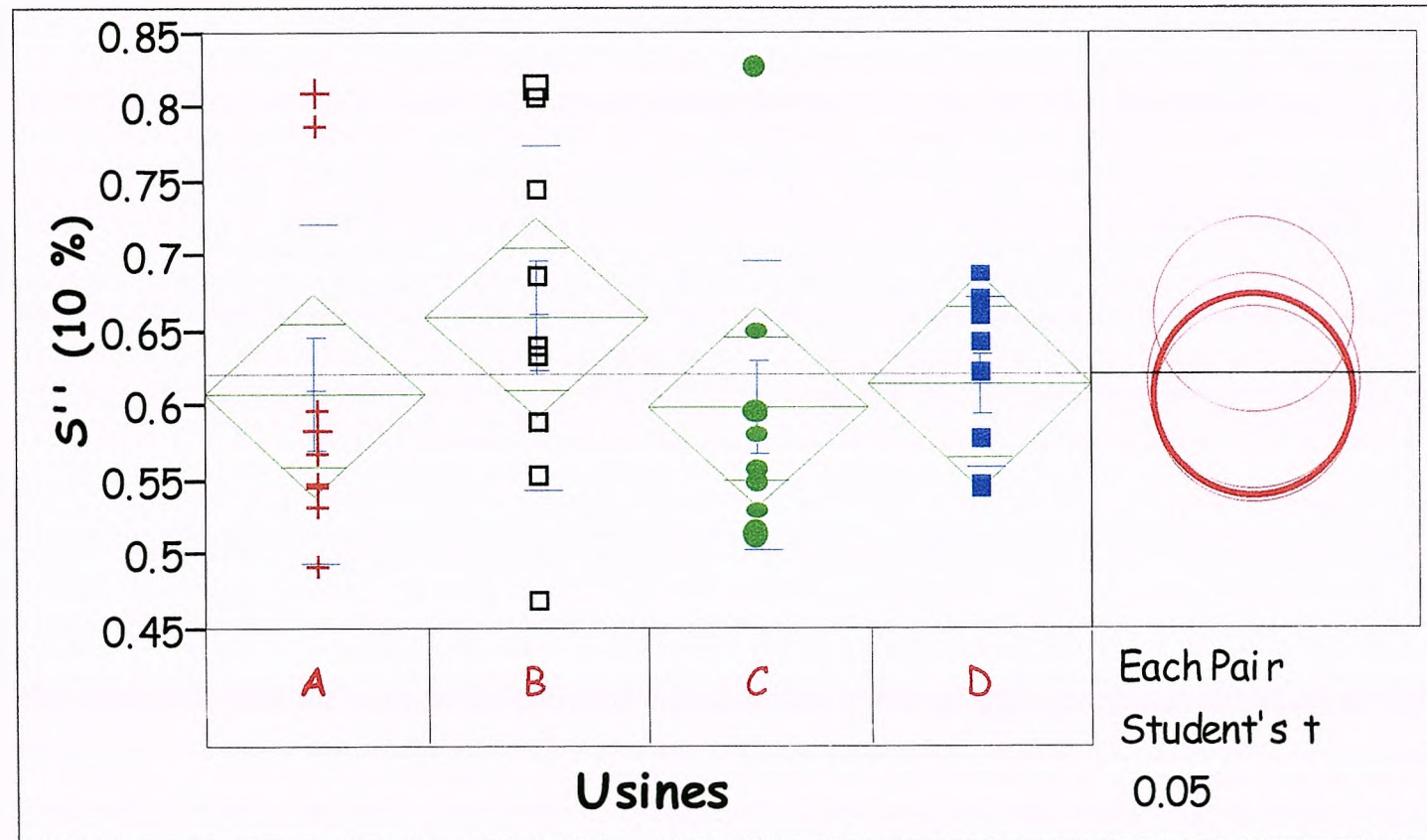


FIGURE 13 D : DISCRIMINATION INTER- USINES
A PARTIR DU COUPLE ELASTIQUE (DEFORMATION 422%)

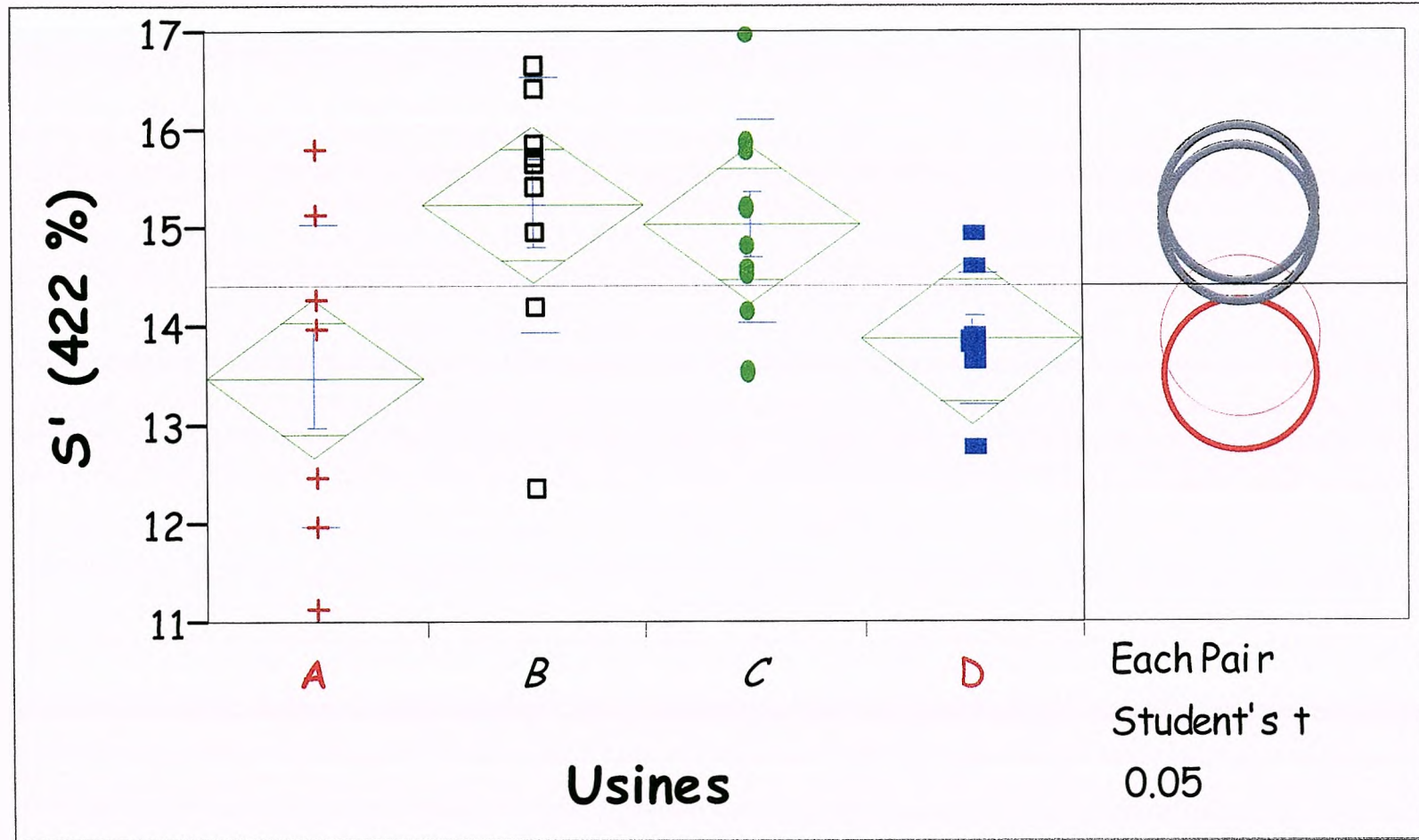
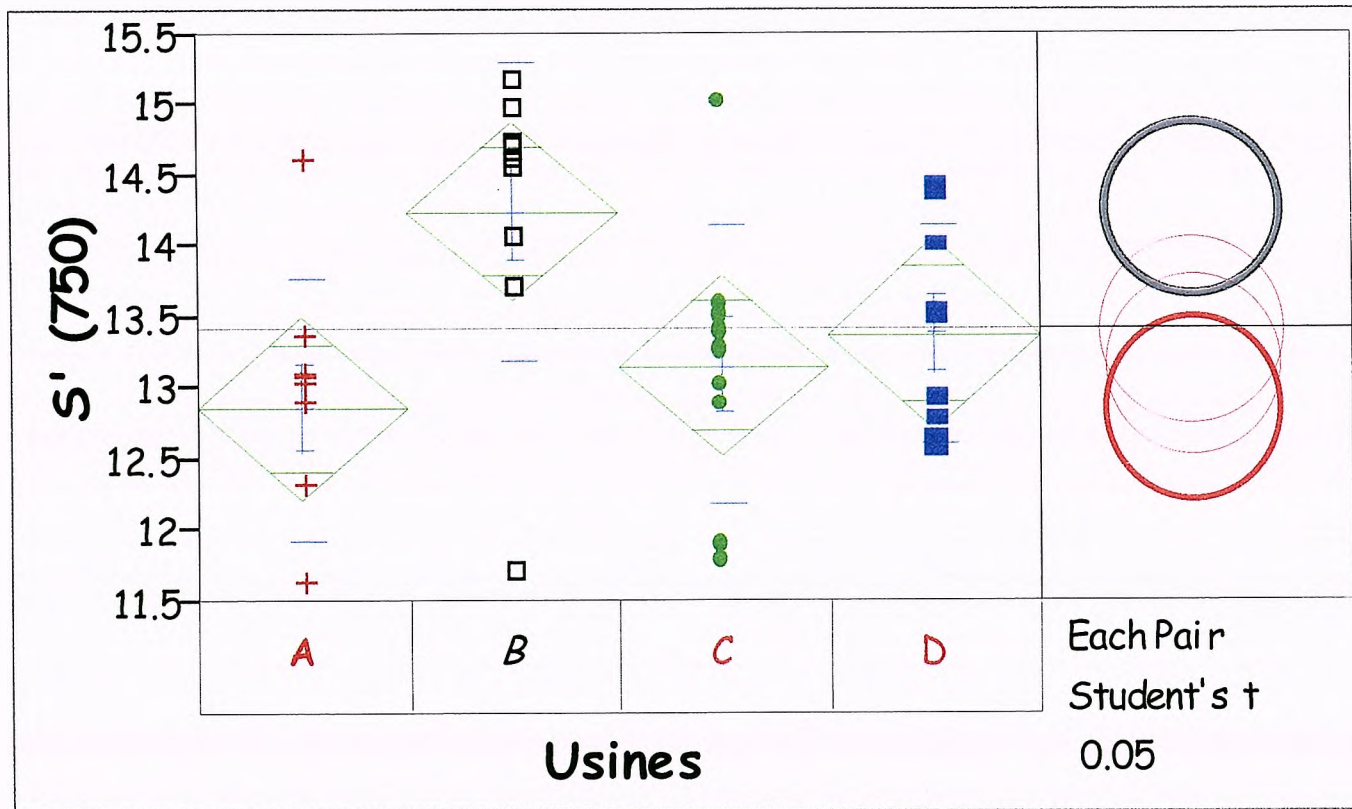


FIGURE 13E : DISCRIMINATION INTER- USINES
A PARTIR DU COUPLE ELASTIQUE (DEFORMATION 750%)



**Ministry of Scientific and
Technical Research
MINREST**

**Institute of Agricultural Research
for Development
IRAD**

**NATIONAL RUBBER RESEARCH PROGRAMME
NRRP**

**QUALITY IMPROVEMENT AND QUALITY CONTROL OF
THE AFRICAN NATURAL RUBBER**

CFC GRANT N° 28

**COUNTRY REPORT
CAMEROON**

JUNE 2003

QUALITY CONTROL OF NATURAL RUBBER IN CAMEROON

Focus on the Role of the Central Quality Control Laboratory, NRRP/IRAD-Ekona Cameroon.

1.0 INTRODUCTION

The history of rubber in Cameroon began in the late nineteenth century with the exploitation of wild species of rubber-producing plants by German colonialists. Natural rubber (NR) was the first primary commodity exported from Cameroon with about 300 tonnes exported in 1892¹.

The large scale planting of *hevea brasiliensis* only began when it was fully established that the crop had a clear superiority in ease of exploitation, upkeep and yield over the *Funtumia elastica* and *landolphia* species exploited at the time, and by 1914 about 167,000 trees had been planted. A more serious investment plan for *hevea* cultivation began in the 1920's under the French and British trusteeships such that by 1937 over 20,000 ha were being cultivated to rubber in several dispersed plantations. Between 1937 and 1963 more than 21,000 ha were again planted in the framework of the *Hevea* investment policy: about 13,000 ha in British Cameroon [11,500 ha in the Cameroon Development Corporation (CDC.) estates, 1,600 ha in the Pamol estates, and 220 ha under smallholders], and 8,171 ha in French Cameroon. These plantings are in part responsible for the configuration of rubber plantations found in Cameroon today.

The concept of technically specified rubber (TSR) was introduced in Cameroon in 1968 with the creation of the Rubber Technology Laboratory of the Institute of Agricultural Research for Development (IRAD) Ekona, which until 1980 remained the only laboratory for quality control and certification of TSR in Cameroon. Following the structural adjustments which reduced public subventions to simple payment of salaries, the laboratory re-centred its activities towards quality control, organisation of NRRP/CDC/HEVECAM inter-laboratory tests, and technical support to CDC factories.

One of the major preoccupations of research was the variability in the technological properties of natural rubber produced in Africa, and was the focus of the Professional Association of Natural Rubber in Africa (ANRA/ACNA). ANRA initiated and sourced for funding from the Common Fund for Commodities (CFC) with the support of International Natural Rubber Organisation (INRO). ANRA also embarked on research geared towards the improvement of the quality of NR and to establish a process of quality certification of the African NR in order to eliminate trade discount i.e. the difference in price paid for African NR as compared to rubber originating from some major (Malaysia,Thailand) Asian producing countries.

The project was designed to apply existing quality control technology in a standard manner throughout the African producing countries². To achieve this broader objective, a common certification label was to be established to guarantee the quality of the African NR regardless of the country of origin. With this in mind, many workshops, seminars and inter-laboratory crosschecks (within and without the country) were organised. Interesting results were obtained that have helped to throw more light to rubber producing factories in Cameroon as well as smallholder on how the quality of NR can be improved.

The NRRP has benefited so much from the project in terms of improvement on research with regards to the quality of natural rubber in Cameroon, maintenance work in the laboratory as well as reception of chemicals and equipments. The rubber producing companies have also benefited from the suggestions put forward by NRRP from experience gained in the course of the project. Some of the equipment acquired by NRRP technology Central Laboratory from the Project are listed below:

- Wallace plastimeters MKII and accessories (1 needing repairs)
- 1 PRI oven – model MRPRA
- 1 Mooney viscometer – Negretti Automation MK3 and accessories
- 1 set Lovibond colour tester
- 2 precision Balances
- 1 Bouat-Crouzet apparatus for nitrogen determination
- 1 heating plate for dirt content determination

During this period several research activities on rubber quality took place with funding from the Programme and some of these work have been published. A series of inter-laboratory crosschecks were carried out both at the national and international levels.

2.0 MONITORING OF SPECIFICATION LABORATORIES

The overall performance of test laboratories with respect to consistency of testing is essential if superior testing standards must be maintained during routine analyses. Round robin crosschecks are usually conducted between such laboratories to determine from inter-laboratory comparisons whether random or systematic errors exists in a particular laboratory. Random errors are those which have random causes with both positive and negative influences, whereas the systematic errors are from persistent causes and may have either positive or negative influences.

The specific objectives of proficiency testing schemes are to encourage the use of proper routine analytical procedures within individual laboratories and to provide feedback to encourage them to take remedial actions where shortcomings in performance have been identified. The results further serve to provide a rational basis for the identification of

laboratories capable of undertaking a particular task and where necessary, identify laboratories which produce data of such an unacceptable quality as to disqualify them from carrying out particular analyses.

A series of crosschecks were therefore conducted between the rubber technology laboratories of the NRRP and the testing laboratories of the main producing factories (CDC Tiko and HEVECAM Niété), (series A) and between the Central Laboratory of Cameroon and those of other participating African countries (series B). The series A crosschecks were conducted quarterly and those of series B every four months.

2.1 INTER-LABORATORY CROSSCHECKS

2.1.1 SERIES A CROSSCHECKS

(a) Data Collection, Analyses and Interpretation

The crosschecks enabled verification of physical test equipment when operating under conditions of repeatability and the maximum variability of the specification procedures when operating under conditions of reproducibility.

Results were treated on a completely randomised factorial design¹² with two sources of variation-the sample origin and the test apparatus or laboratory. At each crosscheck series, at least two materials having different levels of the property being measured were used. The mean values for each apparatus or laboratory were plotted on a Youdens ellipse of tolerance to assess the “*between laboratory variability*”, and the “*material/laboratory interaction*”.

The consensus value for Z-score determination was obtained and the mean of all participating laboratory after elimination of outliers. Target standard deviations were established as defined by the ISO norm governing the particular tests. The importance of the Z-score as a tool for verification of performance during inter-laboratory Testing Programmes was stressed. This score is estimated as the ratio of the difference between the laboratory mean and the assigned bulk mean of all laboratories put together³, to the standard deviation of the reference.^{4,5} By convention, a score 2 or less is satisfactory, 2-3 is doubtful and a score greater than 3 is unsatisfactory with respect to the standards (quantified by the target standard deviation) set in the SAR proficiency testing scheme³.

The z-scores were then plotted for the different crosschecks in order to assess the evolution in performance of the apparatuses and procedures in the participating test laboratories during the period under consideration.

The K-score was used to describe the repeatability in a specific laboratory. This parameter is estimated as the quotient of the standard deviation of results obtained in a particular lab/post to the mean target value of the bulk deviations of all laboratories.

b) IRAD/CDC/HEVECAM Crosschecks

These series of crosschecks involves the testing laboratories of the NRRP, CDC, and HEVECAM coordinated by the NRRP. Three bales of rubber of three different grades are selected from one of the production units. One bale of light colour rubber (L), one bale of CV 50, and one bale of TSR 10. Two sets of samples (6 replicates per grade) are then sent to each laboratory for testing in accordance with the ISO norms.

The first set, made up of samples already homogenised, is used for intra-laboratory reliability tests (repeatability) on physical equipments. The second set, non-homogenised is used for inter-laboratory reproducibility tests. Details of the z- and k-scores for some of the inter-laboratory crosschecks carried out during this period are presented in *Table 1.* and 2

Each test series is followed by a meeting of the rubber technologists of the three laboratories, and a report sent to the administration of the institutions concerned. Several improvements and harmonisation of the test procedures have taken place in each of the three laboratories with the help of the conclusions and recommendations from these tests and meetings.

It should be noted that a great difference can be made in mastering and controlling the quality of rubber from one laboratory to the other. In fact, quality starts right from the collection of latex or cuplumps and ends with the client.

2.1.2 SERIES B (REGIONAL/INTERNATIONAL CROSS-CHECKS)

The Ekona laboratory has also been involved in a crosscheck programme with the specification laboratories of CATH (Gabon), SOGB, SAPH and CNRA (Côte d'Ivoire), RRIN (Nigeria) GREL (Ghana) and CIRAD-CP (France). IDEFOR-DPL prepared and despatched the samples meanwhile results were transmitted to CIRAD-CP for analysis and interpretation.

The results of the three tests conducted are summarised in *Table 3.* with their associated statistically acceptable limits. Results of these tests show a net improvement in the quality of the Po, PRI, and Mooney viscosity tests as 50 % of the participating laboratories obtained off-limit results for the first test of July 1998 and none in March 1999.

During the workshop of June 2001 in Douala-Cameroon, another series of inter-laboratory crosscheck was carried out. Results obtained in this series was facilitated by the fact that all participants of the workshop assisted in the preparation of the samples and the various laboratory heads took the samples along at the end of the workshop. Results obtained by each laboratory are indicated in *Table 4.* The performance of the NRRP was satisfactory for all the properties measured for all the crosschecks.

Table 1 : Z- Score and K- Score for Reproducibility Test (Series 46-A)

Sample	Lab	P ₀		P ₃₀		PRI		Mooney		Dirt		Ash		Vol	
		Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score
Y "3CV"	AA1	0.667	1.000	0.546	0.915	0.090	0.757	1.667	1.813		0.879	21.833		1.333	0.709
	AA2	0.250	2.000	0.088	0.875	0.677	1.284	0.556	1.047						
	QQ1	0.167		0.445	1.420	1.243	1.196	0.111	1.047	0.119	1.545	12.833	2.133		0.874
	QQ2							1.222	1.047						
	DD1	0.167	1.000	0.088	0.789	0.090	0.763	0.111	1.047	0.333	0.576		0.867	1.500	1.417
	DD2							1.000							
Z "10CV"	AA1	0.958	0.814	0.435	0.924	0.251	0.946	0.056	0.666	1.048	1.512	37.000	0.000	1.267	0.416
	AA2	0.083	0.870	0.105	0.764	0.583	0.958	1.056	0.860						
	QQ1	0.458	1.137	0.128	1.246	2.195	0.782	0.056	1.174	0.071	0.588	13.667	2.069	0.000	1.249
	QQ2							0.611	1.762						
	DD1	0.083	1.178		1.066	0.251	1.313	1.389	0.745	0.000	0.900	0.000	0.931	2.444	1.335
	DD2							2.944	0.793						

NB. Figures in bold are questionable and unsatisfactory

Table 2 : Z- Score and K- Score for Reproducibility Tests (Series 47-A)

Sample	Lab	P _O		<u>P₃₀</u>		PRI		Mooney		Dirt		Ash		Vol	
		Z- Score	K- Score	Z-Score	K-Score	Z-Score	K- Score	Z- Score	K-Score	Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score	Z- Score	K- Score
Y “3CV”	AA1	0.083	0.564	0.208	1.123	1.148	1.761	0.000	1.024	0.000	0.569	5.000	0.274		
	AA2	0.375	1.100	0.333	0.804	0.567	0.843	1.556	0.971						
	QQ1	0.083	1.440	0.208	1.352	0.567	0.704	0.566	1.336	0.238	2.209	5.000	1.726	2.056	1.057
	QQ2							0.000	1.111						
	DD1	0.583	0.896	0.750	0.721	1.608	0.692	0.667	0.825	0.381	0.222			2.056	0.943
	DD2							0.111	0.734						
Z “10CV”	AA1	0.125	0.679	0.083	1.073	0.385	1.169	0.111	0.390		1.056	6.167	1.591	2.583	1.036
	AA2	0.125	0.679	0.083	1.073	0.922	0.918	1.000	0.826						
	QQ1	0.208	1.391	0.083	1.073	0.385	0.721	0.667	1.564	0.786	1.321				
	QQ2							0.111	1.031						
	DD1	0.208	1.252	0.500	0.781	1.049	1.191	2.556	-	0.357	0.623			2.583	0.964
	DD2							0.667	0.631						

NB. Figures in Bold are questionable and unsatisfactory

Table.3-Inter-laboratory crosscheck Results series B (July 1998-June 1999)

Date of test	Lab	P _o	PRI	VR	Dirt	Ash	Vol.	N ₂
Nov. 98	CNRA	40	71	92	0.011	0.38	0.26	0.24
	CIRAP-CP	46	67	92	0.018	0.37	0.23	0.29
	GREL	46	69	95	0.011	0.37	0.31	0.34
	CATH	47	72	92	0.014	0.39	0.24	-
	NRRP	44	76	97	0.024	0.41	0.35	-
	Acceptable limit	42-48	65-77	91-97	0.011-0.020	0.30-0.46	0.20-0.36	0.25-0.32
Mar. 98	CNRA	45	75	91	0.014	0.32	0.25	0.26
	CIRAP-CP	49	74	94	0.010	0.30	0.31	0.27
	GREL	48	72	94	0.013	0.35	0.26	0.27
	CATH	47	71	88	0.011	0.31	0.28	-
	NRRP	45	74	93	0.027	0.26	0.32	-
	Acceptable limit	44-50	70-78	88-95	0.010-0.019	0.25-0.37	0.20-.035	0.23-0.30
July.98	CNRA	40	59	88	0.013	0.32	0.27	0.20
	CIRAP-CP	43	58	86	0.016	0.28	0.30	0.21
	GREL	-	-	92	0.010	0.30	0.32	0.36
	CATH	50	49	90	0.024	0.32	0.33	0.17
	NRRP	42	63	92	0.017	0.32	0.45	-
	Acceptable limit	41-47	53-62	86-92	0.011-0.020	0.24-0.37	0.24-0.42	0.21-0.27

Table.4-Inter-laboratory crosscheck Results series B June 2001 (line 1)

Date of test	Grade	Lab	P _o	PRI	VR	Dirt	Ash	Vol.	N ₂
June 2001	Latex	RRIN	27	77	-	0.006	0.30	0.25	0.03
		SAPH	26	78	59	0.002	0.15	0.17	-
		SOGB	31	75	75	0.001	0.25	0.23	0.35
		NRRP	25	76	46	0.003	0.20	0.27	-
		CNRA	28	76	54	0.001	0.21	0.23	0.29
		CDC	24	85	51	0.003	-	0.22	-
		HEVECAM	29	67	52	0.003	0.30	0.27	0.32
		CATH	26	75	-	-	0.21	0.29	-
		Acceptance limit	25-29	74-78	52-58	0.001-0.005	0.21-0.25	0.20-0.26	0.23-0.27
June 2001	Cuplumps	RRIN	39	68	-	0.060	0.41	0.41	0.43
		SAPH	36	76	86	0.020	0.13	0.16	-
		SOGB	42	71	85	0.020	0.32	0.22	0.20
		NRRP	35	69	75	0.012	0.23	0.26	-
		CNRA	38	71	82	0.020	0.29	0.18	0.17
		CDC	34	80	80	0.021	-	0.23	-
		HEVECAM	39	69	80	0.012	0.26	0.32	0.16
		CATH	39	65	81	-	0.28	0.27	-
		Acceptance limit	36-40	69-73	79-83	0.022-0.026	0.25-0.30	0.24-0.28	0.22-0.26

3.0 SUMMARY OF THE VARIOUS RESEARCH ACTIVITIES

PUBLICATIONS AND PAPERS PRESENTED IN COURSE OF THE PROJECT

3.1 Intrinsic Consistency of Technically Specified Rubber in Cameroon.

(E. Ehabe, Le Bonte C.; Ngolemasango F. ; Gobina S. and Wonkam. D)

The basic assumption governing the choice of samples used for statistical analysis are only valid when all observations on the population are normally distributed. This is the same for the technical specification of NR in which all the properties of a production lot (which could range from 1-25 tons), must observe such a distribution. This is important if the laboratory sample from a bale is considered as representative of the lot. These studies were therefore initiated to verify the 'sample' as representative of the lot and if necessary, redefine the lot size on the basis of its variability.

The studies were undertaken in two parts: the first was to identify the effect of crop origin and processing parameters on the distribution of technical properties of a lot, and the follow-up was to ascertain the representativeness of a rubber bale. It should however be noted that, of all technical specification parameter only the Mooney viscosity [VR=ML(1+4 min) at 100°C], the Initial plasticity (Po), and the Plasticity Retention Index (PRI) relate directly to processing behaviour⁶.

3.2 Study on the Intrinsic Variability of Natural Rubber ²: Characterization Of Natural Rubber During Processing *(Ehabe E.; Soh Fri, ; Wonkam. D; Namijo, S.; and Gobina, S.)*

Natural rubber, being an agricultural product is subject to variations depending on a number of different factors such as rainfall, temperature, genetics of the clone etc. How natural rubber is used by consumer, and how the variability is viewed by the producer is considered in this study. The large degree of variability in natural rubber is found not only from lot to lot as done in some previous studies⁷ but also from bale to bale, as well as within a bale. In order to reduce this variability of natural rubber some technical specification parameter were studied. It should be noted that, of all the technical specification parameters studied, only the Mooney viscosity [ML(1+4)@100°C], the initial plasticity, and the plasticity retention index relate directly to processability⁶. In order to reduce variability of natural rubber, it will be necessary for producers to identify the raw materials, the processes, and other handling factors such as proper calibration.

3.3 Seasonal and Clonal Variations in the Latex and Raw Rubber Of Hevea Brasiliensis

(Y. Le Roux ; E. Ehabe.; J. Sainte-Beuve.; J. Nkengafac. ; G. Nkeng. F. Ngolemansango and S. Gobina) *The Journal of Rubber Research* . 3(3), 200, Pp. 142-156)

This study has enlightened some of the complex phenomenon governing variability in the technological properties of processes raw rubber. The variations were greatly associated with eco-climatic conditions which also influence the physiological parameters of latex. The most significant correlations between the technological and physiological parameters could now be mathematically formalised so that rheological properties could be subsequently deduced from early markers of the physiological properties of the latex.

The variation in the quality of raw natural rubber causes serious problems associated with processing and grading with the quality of processed crop varying with changes in season, clonal origin and especially with the maturation time of the cuplumps material. This study was undertaken to evaluate the contribution of these sources of variation and where possible, identify latex physiological parameters as early markers of properties of the processed crumb. Relationships between certain physiological parameters of latex analysed by micro-latex diagnosis technique and some relevant technological properties of the raw rubber were estimated for some selected clones. These were found to be greatly influenced by eco-climatic conditions. Highly significant clonal variations were also observed in the physiological parameters of latex while these variations were not so consistent for most of the technological, properties. Finally, significant correlations were observed between some technological properties and physiological parameters notably between the inorganic phosphorus and plasticity retention index and between the total solid content and the Mooney viscosity.

This study has enlightened some of the complex phenomena governing variability in the technological properties of processed raw rubber. The variations were greatly associated with eco-climatic conditioned which also influence the physiological parameters of latex. The most significant correlations between the technological properties could be subsequently deduced from early field physiological observations. The physiological parameters would then serve as early markers of the technological properties of the processed crumb.

3.4 Effects of Maturation on the Bulk Viscosity and Molecular Chain Length of Natural Rubber

(E. Ehabe; Y. Le Roux; F. Ngolemansango; F. Bonfils, G. Nkeng.; B. Nkouonkam; J. Sainte-Beuve and S. Gobina) *The Journal of Applied Polymer Science* . vol 86, 703-708 (2002)

The lengths of molecular chains of raw natural rubber influence the flow behaviour of their latex and the deformation behaviour of the solid rubber^{8,9}. Bulk properties usually adopted

to describe such behaviour unfortunately do not always provide enough information to access their fundamental properties¹⁰, mainly because freshly prepared natural rubber is of variably size and molecular structural arrangements with respect to origin of vegetative materials (clones, crop collection methods and methods of processing)¹¹.

After tapping, hevea latex is normally subjected to several treatments before the crop is marketable. Conventional latex is rapidly coagulated at the factory using certain chemical reagents like formic acid, subjected to machining operations that eliminate most of the serum and non-rubber constituents. The crumb is then dried appropriately and baled with the product constituting premium technical specified and conventional sheet grades. Another practice is to collect oozing latex directly into plastic bags and letting it to accumulate (after several tappings) before processing. This system is economically interesting as labour costs associated with crop collections are considerably reduced. However, its adoption is limited by the fact that the crop develops a very dark colour, high Mooney viscosity, low nitrogen content and low resistance to thermal oxidation.

Otherwise, latex could coagulate naturally in collecting cups, collected at variable frequencies, and stores for extended periods before factory processing. The scarcity of raw materials and the varying conditions of field coagula persuade some middle level dealers and even factory processors to accumulate raw materials for lengthy periods before processing. The work reported here investigated the influence of certain widely adopted exploitation practices (like extent of maturation of cuplumps before processing) on rheological properties as well as macro-molecular chain-lengths of processed rubber.

The effects of maturation and storage of naturally coagulated latex (cuplumps) on some bulk rheological properties as well as on parameters characterising macro-molecular chain-lengths were investigated for natural rubber of different clonal typologies. The sensitivity of clonal material to degradative effects of maturation increase with the level of tree energetic metabolism (clone PB217, being less sensitive, GT1 intermediate, PB235, most sensitive). This shows a definite relationship between energetic metabolism of hevea trees and the stability of the molecular structure of the synthesized rubber. Prolonged cuplump maturation and storage for as long as 45 days did not influence the relationship between the bulk properties of processed crumb, notably between Wallace rapid plasticity and the Mooney viscosity. However whereas the width index characterising the molecular mass distribution and the gel content increased, the resistance of processed rubber to thermo-oxidative ageing reduced considerably. These results highlights at a molecular level effects of maturation and storage hitherto demonstrated on bulk processing parameters.

3.5 Effects of Thermo-Oxidative Ageing on the Bulk Viscosity of Crude Natural Rubber

E. Ehabe et al (2001) (submitted to the Journal of Applied Polymer Science)

Most studies on elastomer oxidation are conducted on thin films probably because the technique is widely applied in polymer characterisation. Such studies unfortunately would not account for changes following chemical degradation of bulk polymers as would have been if Mooney Viscosity measurements were instead conducted. An understanding of the thermo-oxidative degradation behaviour using Mooney shearing disc viscometer would therefore give an indication of the bulk response of the aged raw material during industrial compounding and blending. This study sought therefore to investigate the effects of thermo-oxidative ageing on the relationship molar mass and bulk viscosity of raw NR.

The influence of thermo-oxidative ageing on bulk viscosity and molar of NR of different clonal sources and collecting/processing conditions was investigated. At high ageing temperatures, the rates of thermo-oxidation increases with a subsequent fall in the Mooney viscosity and molar mass of the material. An exponential relationship was found to describe the relationship between weight-average molar and Mooney viscosity of the aged rubber ($0.76 < R^2 < 0.92$) with two populations identified which included off-latex grades (rubber containing latex coagulated under acid-controlled conditions) and coagula of spontaneous field coagulation (technically specified grade, TSR 10) of different clonal origin. Mooney viscosity measurements were found to be reliable if studies on the thermo oxidation and characterisation of NR are conducted.

3.6 Effects of Field Maturation on the Curing and Ageing Behaviour of Natural

Rubber (M.Sc. Thesis ; Soh Fri Pamela)

The study of the cure behaviour and tensile properties of NR in sulphur/accelerator vulcanisation system were characterised in terms of maturation and storage conditions and climatic factors (season), prior to factory processing. The studies sort to investigate the influence of these factors on the kinetics characterising cross-link formation of gum stock mixes, the properties of the eventual vulcanisates, the influence of these conditions on network cross link density and the ageing resistance of vulcanisates.

The cure parameters studied were scorch time, cure rate index, time to optimum cure, reaction rate constant and activation energy at 50 % of full cure, which were analysed in conformity with standard ISO norms and by the use of Monsanto Oscillating Disc Rheometer (ODR) 100 at temperature of 160°C and 180°C for some selected clones. Further tests were done on the vulcanisates obtained after curing at 140°C in the press for stress-strain measurements using the dynamometer.

Results obtained for the cure behaviour showed greater reversion of ACS1 stocks at 180°C than at 160°C due to instability of the bonds and thus scission and rearrangement of the predominantly poly-sulphidic bonds at high temperatures as seen elsewhere¹³. Based on these results, indications are given on the lack of significant effects on the cure behaviour and tensile strength of the vulcanisates with maturation and storage. Significant variation of climatic factors were observed with rheological and physical properties.

From the results obtained effects of maturation and storage on the chemical nature and activities of natural anti-oxidants in hevea latex and rubber could be investigated because of the lack of significant differences observed in some of these properties.

3.7 Relations between Macromolecular Chain Lengths and the Determination of Dirt in Natural Rubber. (E. Ehabe et al 2001)

The need to eliminate contamination in natural rubber in producing nations has been identified for more than half a century now, and the result of research efforts have been significant consistency and uniformity in factory cleaning and processing procedures. However, quality is still jeopardised by lack of efficient control systems as incoming coagula are, for several technical and economic reasons, stored for variable durations before processing. The scarcity of raw materials and lack of adequate logistic facilities forced producers and processors to accumulate coagula for lengthy periods before processing. Such practices would naturally affect the macromolecular chains of the raw rubber and increase the dirt content of the bulk material.

In view of the poor reproducibility of dirt content measurements and the poor marketing image of certain grades of natural rubber, some regulatory boards introduced changes in their grading and compliance testing schemes. These changes apply mostly to grades of inherently high dirt content and were made to ensure that graded rubbers be within experimental limits, free from dirt particles in excess of 200 µm³.

Recent studies attribute the poor reproducibility of dirt content analysis to the nature of aggregation inhibitor as well as to variable heating of rubber solution which variably lead to the random formation of an insoluble macrogel. Since rubber of inherently longer macromolecular chains would require more extended heating before forming a clear solution, this study was initiated to ascertain the contribution of the lengths of macromolecular chains on the precision associated with determination of dirt in raw natural rubber.

The conditions of maturation and storage of natural rubber coagula variably affect the lengths of macromolecular chains as well as the precision associated with the determination of its dirt content. Prolonged storage and maturation reduced the lengths of rubber macromolecular

chains, increasing the ease of dissolution of test portions during dirt analysis. High molecular mass samples were associated with poor reproducibility of dirt content and macrogel determinations. However, the mass of test portions must be increased to improve on the precision of dirt measurements. Though the actual sizes of these portions should be a compromise of economic and practical considerations.

3.8 Factors Affecting Analysis of Dirt Content in Crude Natural Rubber

(E. Ehabe and J. Saint-Beuve (2001)(in Indian Journal of Natural Rubber 14 (1): 30-35.)

Wide variations have been observed of dirt content results, obtained on identical raw natural rubber materials, in different test laboratories using similar test procedures. Factors investigated for this study ranged from the physical nature and concentration of peptiser employed to heat transfer during solvent dissolution of raw natural rubber. Rubber of latex grades, as opposed to those of cuplump, required longer heating before the formation of clear homogeneous solutions. After a critical duration of dissolution, prolonged heating led to the formation of a macrogel that remained insoluble in most non-polar hydrocarbon solvents. This macrogel seemed to have been in part responsible for the poor repeatability of dirt analysis. The duration of swelling in white spirit before heating affected the formation of insoluble fractions, though this seemed to vary with the moment of introduction of the rubber into the mixture.

3.9 Precision Associated with Determination of Dirt Content of Natural Rubber

(E. Ehabe; F. Ngolemansango; F. Bonfils,. Sainte-Beuve) (2000) vol.81, 957-962 in the Journal of Applied Polymer Science)

The precision associated with the determination of dirt content in natural rubber is an issue of grave concern. Wide dispersions have been observed for results obtained on identical materials in different laboratories using similar test procedures. Several factors ranging from the transfer of heat during solvent dissolution of the rubber, to concentration and physical nature of peptiser employed, and the duration of swelling and heating of the rubber/solvent mixture prior to sieving of the homogeneous solution, have been investigated. Variable quantities of insoluble fractions were formed during cold swelling and dissolution of NR and these were most often responsible for the low reproducibility of the dirt content determination.

The rubber/solvent mixture has to be heated for an extended period of time, depending on its initial average molar mass. Prolonged heating caused re-agglomeration of rubber molecules in solution to form gel-like material, which remained insoluble in most non-polar hydrocarbon solvents. The compound standard error associated with dirt content measurement

was 0.001 mg signifying that the masses of tests portions, empty sieves and sieves containing dirt must be estimated to at least 3 significant figures.

REFERENCES

1. Despin, B; (1979) – Histoire du Cameroun. *Rev. Gen. Caout. Plast.*, **595**.
2. Proceedings International Workshop on Quality Improvement and quality Control of the African Natural Rubber. Benin City Nigeria 10-14 December, 1996
3. Proficiency Testing in Analytical Chemistry. Richard E. Lawn; Michael Thompson and Ronald F. Walker
4. Mandel, J. and Lashof, T. (1974) – Interpretation and Generalisation of Youden's Two-Sample Diagram. *J. Qual. Technol.*, **6(1)**, **22**.
5. Youden, W.J. (1959). Graphical Diagnosis of Interlaboratory test Results. *Ind. Qual. Contro.* **15 (11)**.
6. Bristow, G.M and Sears, A.G (1987)- the use of Novel Parameters in the Assessment of Natural rubber. International Organisation for Standardisation, Geneva.
7. Le Bonte, C, Ehabe, E, Ngolemasango, F., Gobina S., and Wonkam, D.- Intrinsic Consistency of Technically Specified Rubber in Cameroon. (unpublished)
8. Nair, S. (1978) – Organisation and Operation of National Technically Specified Rubber Schemes. Kuala Lumpur: Rubber Research Institute of Malaysia.
9. Van de Syde, H. *Rev Gen Caout Plast* 1985, 655, 91
10. Leblanc, J-L. *Eur Rubb J* 1980, 162, 20
11. Hanover, P. ; Chretien, H. ; Michel, P.; de Livonnière, H. *Caout Plast.* 1989, 605, 85
12. Gomez, K.A. and Gomez, A.A. (1984)– Stastical Procedures for Agricultural research. 2nd ed. New York: John Wiley and Sons Inc.
13. Ehabe, E., and Farid. A.S., (2000)–Chemical Kinetics of Vulcanization and Compression Set. *European polymer Journal* 37 (2) 329 – 334.

ACKNOWLEDGEMENTS

Special thanks to the Common Fund for Commodities (CFC), United Nations Office for Project Services (UNOPS), Professional Association of Natural Rubber in Africa (ANRA), International Rubber Study Group (IRSG), International Natural Rubber Organisation (INRO) each in its own capacity for strengthening infrastructure and human resource capacity of the National Rubber Research Programme and the project as a whole in Cameroon and Africa.

Our sincere gratitude goes to the Management of the Cameroon Development Corporation (CDC) particularly to the Group Rubber Manager who authorised the use of his factory facilities for the execution of this work. The able assistance and cooperation of Industrial Quality Manager and the Tiko Industrial Unit Manager are gratefully acknowledged.

The contributions from the Management of HEVECAM are also hereby acknowledged.



CENTRE D'APPUI TECHNIQUE A L'HEVEACULTURE

Membre de l'International Rubber Research and Development Board

**RAPPORT D'ACTIVITES
DU PROJET
C.F.C / U.N.O.P.S / C.A.T.H**

1996 - 2002

JUIN 2003

I- INTRODUCTION

Le Projet CFC/UNOPS sur l'amélioration et le contrôle de la qualité du caoutchouc naturel Africain a permis au Centre d'Appui Technique à l'Hévéaculture (CATH) de répondre aux exigences des critères de normalisation.

Depuis ces dernières années le CATH a connu certaines difficultés dues à l'environnement économique et financier du Gabon.

Cependant, malgré cette situation des efforts ont été consentis, notamment, la remise en état des infrastructures existantes pour toujours valoriser les acquis.

II- SITUATION ACTUELLE DES ACTIVITES DU LABORATOIRE

Le laboratoire de spécification du CATH a été victime des perturbations fonctionnelles durant ces deux (2) dernières années.

2.1- Contexte général

Le Gabon connaît depuis ces dernières années une conjoncture économique et financière sans précédent. Conjoncture due principalement par la baisse de ses revenus pétroliers qui constituent encore 80 % des ressources budgétaires du pays.

Au regard de cette situation, les bailleurs de fond internationaux(FMI, Banque Mondiale...) ont imposé au Gabon une restructuration de son économie par le lancement d'un vaste programme de privatisation des entreprises para-publiques.

Le secteur agricole(déjà pas très bien développé) a été touché y compris le programme hévéicole dans son ensemble par une baisse considérable des dotations budgétaires allouées par l'Etat aux structures agricoles. Parallèlement, le cours du caoutchouc a chuté de 550 FCFA à 300 FCFA pendant la période de 1999 à la moitié de l'année 2002.

2.1.1- Les mesures gouvernementales

En mars 2002, la Direction du CATH a changé et le Gouvernement Gabonais a procédé au licenciement de tout le personnel émergeant sur le budget du CATH.

Cette mesure a été prise dans l'objectif d'alléger les charges salariales du CATH d'une part, et de prendre des fonctionnaires du Ministère de l'Agriculture ou d'intégrer dans la fonction publique quelques anciens chercheurs du CATH d'autre part. Soulignons qu'au cours de cette année, la structure n'a bénéficié d'aucun franc du budget de l'Etat.

Toutefois, la mesure gouvernementale a maintenu le CATH dans son cadre institutionnel et n'a donc pas fait l'objet de fermeture, comme l'ont été certaines structures du Ministère de l'Agriculture, compte tenu de son rôle dans le développement hévéicole au Gabon.

2.2- Les activités du laboratoire

Par rapport au contexte général, le laboratoire a été l'objet de vandalisme et de vols en août septembre 2001 et en janvier 2002, entraînant la disparition du compresseur et autres matériels.

A ce jour, 90 % des installations ont été réhabilitées, il ne reste plus que la réception des deux (2) plastimètres envoyés en réparation à Wallace (G.B) et à Montpellier (France).

2.2.1- Le programme international de normalisation du caoutchouc standard Africain (SAR)

Les essais inter-laboratoires se sont poursuivis jusqu'à l'an 2002 par l'envoi d'échantillons et des résultats.

Par contre, le programme CFC/UNOPS a permis au technologue de l'époque de suivre des formations sur le rhéomètre au CIRAD et sur la maintenance du matériel de laboratoire. Des fiches décrivant les procédures d'entretien ont été élaborées et positionnées devant chaque poste d'analyse.

2.2.2- Les activités au Gabon

Les activités au Gabon ont cessé à l'an 2000 à cause de nombreux problèmes notamment la crise financière rencontrée par le principal partenaire du CATH, la société Hévégab.

Depuis le mois d'avril 2003, Hévégab a repris ses activités de ramassage de fond de tasse, d'usinage, et de commercialisation. La relance de la saignée est en cours.

Dès que les plastimètres seront de retour, les procédures de contrôle seront reprises dans les mêmes dispositions avec le laboratoire d'hévégab.

III- LA CONTRIBUTION DU PROJET AUX RESULTATS ACQUIS DEPUIS 1996 PAR LE CATH

Le projet CFC/UNOPS a contribué à l'implication du CATH aussi bien sur le plan national qu'international dans l'acquisition du paquet technologique pour répondre aux exigences de la qualité du caoutchouc naturel.

3.1- Fonctionnement du laboratoire central d'analyse

Les dernières analyses de spécification du caoutchouc d'hévégab par le laboratoire du CATH datent du 8 février 2000.

3.1.1- Procédures

a) Echantillonnage

Le produit analysé est du caoutchouc sec entièrement spécifié issu de la coagulation naturelle et présenté en balle compacte de 35 Kg.

L'échantillonnage est fixé à un (1) échantillon pour 19,2 tonnes de caoutchouc.

b) Analyses

Toutes les analyses sont réalisées selon la norme SAR (Standard African Rubber) avec la détermination des contrôles :

- P.O : plasticité initiale ;
- P.R.I : indice de rétention de plasticité ;
- V.M : Viscosité Mooney.

D'autres contrôles sont également effectués : les matières volatiles, les impuretés, l'azote, les cendres, indices de couleur...

c) Interprétations des résultats

Les résultats sont interprétés à l'aide du logiciel JMP selon la norme SAR et. Ils sont aussi confrontés à ceux du laboratoire d'Hévégab et des conseils sur les procédures d'usinage sont transmis à la société.

3.1.2- Les Essais croisés inter-Laboratoires

Les Essais inter-laboratoires ont permis au CATH d'analyser les performances des appareils utilisés et rendre plus dynamique le travail élaboré par chaque laboratoire. Ils ont été effectués régulièrement et les derniers essais remontent au mois de mai 2002.

3.2- Equipements

Le CATH a reçu un certain nombre de matériel du Projet CFC/UNOPS dont l'inventaire est traité au point IV.

3.3- Formation et cadre institutionnel

3.3.1- Formation

- Initiation des responsables de laboratoires à l'utilisation du logiciel JMP pour l'étude des caractéristiques de performance des appareils utilisés au laboratoire et de l'analyse des résultats : septembre 2002.
- Participation aux réunions techniques :
 - ⇒ En Côte d'Ivoire, Abidjan : novembre 1998 ;
 - ⇒ Au Cameroun, Ekona : IRAD, mai 1999 ;
 - ⇒ A Douala, juin 2001

3.3.2- Cadre institutionnel

- Fixation des recommandations sur le suivi et la maintenance des appareils de laboratoire.
- Elaboration des procédures d'analyses.
- Mise en place de la norme SAR et réalisation des manuels 1 et 2, ACNA juin 1998.

IV- INVENTAIRE DES BIENS ET EQUIPEMENTS LIVRES PAR LE PROJET

Tab. n°1 : Liste du matériel réceptionné de 1996 à 2002

ITEM	DESIGNATION	N°SERIE	QUANT.	OBS.
1	Plastimètre	C97008/18	1	
2	Pièces détachées plastimètre Contacteurs Microswish Fusible de 250 Ma Fusible de 2 A Fusible de 3 A Fusible de 3,5 A TRIAC Diodes luminescentes Clés allen Pince brucelle Support de poids de calibration Rouleau de papier pour imprimante Plateau chauffant supérieur Plateau chauffant inférieur Lot de capsules d'aluminium	SW 1024 FUS 007 FUS 019 FUS 021 FUS 061 IC 5043 LED 006 et 7	2 4 2 2 2 2 3 3 1 1 2 1 1 1	
3	Etuve Wallace	Inconnu	1	
4	Emporte pièce Wallace	Inconnu	1	
5	Toile métallique Gantois	Inconnu	1	
6	Micro-ordinateur Zénith Powermarte Processeur Pentium II MMK, 333 MHZ Mémoire de 64 Mo, disque dur de 3,4 Go Lecteur de disquette de 1,44 Mo Lecteur CD ROM Ecran de 15'' de marque Zénith Logiciel anti-virus Système d'exploitation : Window 98		1	

7	Imprimante HP deskjet 687 C	ES8C91837S	1	
8	Modem externe US Robotics	2456250	1	
9	Onduleur Merlin Gérin-Pulstar	573848306	1	
10	Pièces détachées pour viscosimètre Transducer ES 25 modèle RDP LVDT Plaques en tungstène Rotor large Sondes de température Elément chauffant	40996 33P61833 S 10366 S 10378 S 40506 S 40492	1 1 4 1 2 1	
11	Sonde de température cylindrique type Comark K/RSTP 2 de Prolabo	Inconnu	1	
12	Multimètre AOIP MNP	Inconnu	1	
13	Thermomètre pour thermocouple AOIP	Inconnu	1	
14	Capteur couple K AOIP pour usage générale	Inconnu	1	
15	Onduleur Liénard	180 VDC	1	
16	Compresseur hydrovane HV 501 PURS	601.008869.9904	1	volé
17	Rhéomètre ODR 2000 avec accessoires : Imprimante HP 690 C Jauge hauteur rotor Couple étalon Moteur 3° d'arc Moteur 1° d'arc Bloc d'alimentation en air (ensemble de régulation de pression, filtre, manomètre) Tournevis Brosse ramifiée	14 SIH 2160 CN 88D 1228 C IGKS 3235 IHLS 3595	1 1 1 1 1 1 1 1	

	Pièces détachées Sonde de température Sonde de température	56684 56511	1 1	
18	Véhicule Toyota n°imm.5969 ITQ, Type : LN 166 DCGL	45 794	1	
19	Produits chimiques Oxyde de zinc standard (ZnO) Soufre imprégné M 120 Acide stéarique TP 2 Perkacit MBT poudre Pepton 22	Groupe Arnaud Groupe Arnaud Groupe Arnaud Groupe Arnaud Groupe Arnaud	25 kg 25 kg 25 kg 20 kg 25 kg	
20	Consommables laboratoires Filtres S/cendre Erlen 1000 ml col large duran Eprouvette 10 ml Duran Fiole jaugée Blaubrand N/ bouchée 1000 ml Erlen Duran 300 ml Pissette de 1 l	Abover Abover Abover Abover Bioblock Bioblock	5 2 4 2 80 4	
21	Matériel du laboratoire Réfrigérateur 185 l Plaque écran 58 X 43 cm 50 –500 ° C	Bioblock Bioblock	1 1	

VI- CONCLUSION.

Le projet UNOPS/CFC sur l'amélioration et le contrôle de la qualité du caoutchouc naturel africain a été d'un grand apport pour les pays producteurs de caoutchouc de la région.

Il a permis ainsi au Gabon via le Centre d'Appui Technique à l'Hévéaculture (CATH) de :

- Se doter d'un Laboratoire Central d'Analyse performant ;
- Donner des formations complémentaires au responsable et techniciens du laboratoire ;
- Rendre le Gabon compétitif au niveau régional et international en matière de qualité du caoutchouc naturel produit .

Pour le Gabon, une synergie devait s'établir entre les bailleurs et les promoteurs de projets pour aboutir à un partenariat consolidé.

Proposition de pre projet
(J. SAINTE-LEUNE)
**Valorisation du caoutchouc produit par les planteurs villageois
en Afrique de l'Ouest et en Afrique Centrale**

CONTEXTE

En 2002, l'Afrique a produit 372.000 t de caoutchouc naturel, soit 5% de l'offre mondiale, contre 7% dans les années 1970. Cette tendance devrait s'inverser sur le long terme, l'Afrique ayant encore d'importantes potentialités, contrairement à la région du Sud-Est asiatique. Depuis 1970, on a assisté en Afrique (principalement au Cameroun, en Côte d'Ivoire, au Ghana et au Gabon) au développement des plantations familiales. Cette tendance devrait s'accroître : les superficies des petites plantations africaines ne représentaient, en 2000, que 43% de superficies totales plantées en hévéa contre plus de 80% en Asie du Sud-Est. La part du caoutchouc produit en Afrique par ces petites plantations privées deviendra donc, à moyen terme, prépondérante.

Par ailleurs, la privatisation, le désengagement des Etats et la libéralisation de la filière, dans les années 1990, a conduit à une certaine désorganisation de la récolte et de la vente du caoutchouc produit par les petits planteurs. Ce caoutchouc, principalement récolté sous forme de coagulum des champs, est usiné par les agro-industries qui sont souvent les seuls intermédiaires sur le marché local du caoutchouc produit par les plantations villageoises. Le petit planteur n'a pas la possibilité de valoriser sa production.

De plus, le caoutchouc produit n'est pas souvent de bonne qualité : aucune prime n'incite le planteur à proposer un caoutchouc propre, exempt de contaminant et dont les caractéristiques technologiques sont constantes d'un jour à l'autre. Enfin, les plantations étant dispersées et souvent éloignées des usines, le transport des coagulums, qui contiennent jusqu'à 40% d'eau, vient grever le produit de la vente. L'absence d'usine freine parfois le développement hévéicole dans certaines régions.

En Asie du Sud-Est, le caoutchouc est principalement vendu par les petits planteurs sous forme de feuilles plus ou moins séchées ou fumées, après un traitement post-récolte effectué à l'échelle individuelle ou villageoise (coopératives et groupement de producteurs) et sous forme de coagulum tout venant. En Afrique c'est principalement les coagulums des champs qui sont achetés par les usiniers. Un projet est actuellement en cours au Cameroun qui vise à la valorisation du caoutchouc produit grâce à un mini-crèpage à l'échelle villageoise.

Enfin, il faut noter aussi la part prépondérante prise depuis quelques années par le caoutchouc granulé (type TSR) qui est spécifié techniquement, à l'exportation au détriment de la feuille.

OBJET DE L'ETUDE

Le projet a principalement pour but de proposer aux planteurs villageois des méthodes de traitement post-récolte du caoutchouc permettant d'obtenir un caoutchouc de meilleure qualité, de valoriser la production de ces petits planteurs et ainsi de leur assurer un meilleur revenu, tout en préservant les intérêts des usiniers transformateurs.

PAYS CONCERNES

Dans une première phase Cameroun, Côte d'Ivoire, Gabon, et dans une deuxième phase Ghana, Nigeria, et République de Guinée

COMPOSANTES DE L'ETUDE

Elles sont d'ordre agronomiques, technologiques et socio-économiques.

- 1) Caractérisation du volet récolte, commercialisation et usinage du caoutchouc villageois dans les pays concernés :
 - enquête auprès des producteurs et organisations paysannes pour évaluer les contraintes et opportunités des planteurs,
 - enquête auprès des usiniers et manufacturiers pour mieux connaître les types de caoutchouc souhaités.
- 2) Incidence des itinéraires techniques sur la qualité et les propriétés technologiques du caoutchouc :
 - modes de saignée (sens de l'encoulement, fréquence..),
 - type de coagulation (naturelle ou provoquée)
 - système de récolte (latex, coagulum des champs, saignées cumulées),
 - durée et condition de stockage.
- 3) Mise au point de procédés de traitement post récolte et de gestion des effluents :
 - au champ, dans différentes conditions de récolte et de stockage de la production,
 - dans des ateliers de pré-usinage de feuilles (ADS, USS, RSS) ou crêpes (humides ou secs).
- 4) Usinage et qualité du caoutchouc :
 - modification des procédés, mélanges...
 - incidence des traitements post-récolte sur les propriétés technologiques du caoutchouc après usinage.
- 5) Commercialisation et manufacture :
 - étude des circuits de commercialisation potentiels à l'échelle de la sous-région,
 - conditions d'utilisation et d'émergence d'une transformation locale.
- 6) Etude financière et économique des différents procédés, en fonction du coût des intrants, de la main d'œuvre (coût d'opportunité) et des cours du caoutchouc.
- 7) Transfert de technologie :
 - conditions d'adoption des innovations proposées,
 - mise en place d'une approche participative,
 - formation des planteurs et appui aux groupements villageois,
 - étude d'impact.

PARTENAIRES

Les pays participants

BUDGET PREVISIONNEL ET DUREE

5 000.000 \$ US sur 5ans.